„Entwicklung von Druckwächtern für die Ventilüberwachung aus Polyvinylidenfluorid“

Von der Fakultät für Maschinenwesen der Rheinisch-Westfälischen Technischen Hochschule Aachen zur Erlangung des akademischen Grades eines Doktors der Ingenieurwissenschaften genehmigte Dissertation

vorgelegt von

Aleksandr Shirinov

aus

Gagra, Georgien

Berichter: Universitätsprofessor Dr. rer. nat. Werner Karl Schomburg
Universitätsprofessor Dr.-Ing. Hubertus Murrenhoff

Tag der mündlichen Prüfung: 30. März 2007

Danksagung

Die vorliegende Arbeit entstand in den Jahren 2004 bis 2006 während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Lehr und Forschungsgebiet Konstruktion und Entwicklung von Mikrosystemen (KEmikro) an der Rheinisch – Westfälischen Technischen Hochschule Aachen.

Mein Dank gilt allen, die auf verschiedene Weise einen Beitrag zum Zustandekommen dieser Arbeit geleistet haben.

Besonderes erwähnen möchte ich dabei meinen Doktorvater, Institutsleiter Herrn Prof. Dr. rer. nat. Karl Werner Schomburg der mit persönlichem Interesse diese Arbeit über die Jahre hinweg betreut und gefördert hat. Für seine hilfreichen Anregungen, konstruktive Kritik, großzügige Unterstützung beim Erstellen der Arbeit und Erstellung des Gutachtens danke ich ihm herzlich.

Ebenso danke ich Herrn Prof. Dr. Ing. Hubertus Murrenhoff, Leiter des Instituts für fluidtechnische Antriebe und Steuerungen an der Rheinisch – Westfälischen Technischen Hochschule Aachen für die Freundlichkeit das Korreferat zu übernehmen und für die Bereitstellung der experimentellen und fertigungstechnischen Möglichkeiten seines Instituts.

Meine besondere Danksagung geht an Herrn Thomas Janhsens für die Hilfe bei der Herstellung von mechanischen und elektronischen Komponenten von Drucksensoren und Messständen und für seine Bereitschaft zu fachlichen Diskussionen.

Meine besondere Danksagung gilt auch Herrn Klaus Breuer, dem Leiter der Werkstatt im Institut für Fluidtechnische Antriebe und Steuerungen, seinen Mitarbeitern und Herrn Hans-Joachim Schwob, Leiter der mechanischen Werkstatt im Institut für Regelungstechnik für die Herstellung mechanischer Komponenten von Drucksensoren, Messständen und Fertigungseinrichtungen.

Weiterhin möchte ich mich bei Herrn Horst Wingens, Leiter der Versuchshalle im Institut für Fluidtechnische Antriebe und Steuerungen, für die Hilfe bei der Benutzung des Klimaschranks und für die Hilfe bei der Messung des Sensorberstdrucks bedanken.

An die gute Zusammenarbeit mit 'meinen' Diplomanden, Studienarbeitern und Gastwissenschaftlern Jun Dong, Dr. Tong Guo, Torben Howe, Xiaowei Jin, Wassja Kopp, Rui Liu, Wei Wei, Nan Yang und Dan Zhang werde ich immer gerne zurückdenken.

Bei den jetzigen und ehemaligen Arbeitsgruppenmitgliedern Dr. Yue Cheng, Christoff Gerhardy, Puttachat Khuntontong, Seung-Mo Lee, Dr. Andreas Schmitz, Dayong Ye, bedanke ich mich für die gute wissenschaftliche Zusammenarbeit, die stete Hilfsbereitschaft und die freundschaftliche und herzliche Atmosphäre.

Meinen Eltern und Angehörigen gilt mein tiefster Dank, denn ohne sie wäre es mir nicht möglich gewesen, diese Arbeit durchzuführen, da sie mir ein steter Rückhalt waren.

Aachen im Dezember 2006 Aleksandr Shirinov

Kurzfassung

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit werden neuartige Drucksensoren für die Überwachung von pneumatischen und hydraulischen Ventilen entwickelt. Für die Ventilüberwachung muss festgestellt werden, ob ein Schaltsignal wirklich zu einer Änderung des Druckabfalls über dem Ventilsitz führt. Dazu reicht es aus, das Über- oder Unterschreiten einer vorgegebenen Druckschwelle zu erfassen. Dabei darf der Preis des Drucksensors nur einen Bruchteil des Ventilpreises betragen.

Mit dem Ziel, solche kostengünstigen Drucksensoren herzustellen, wurden unterschiedliche Konzepte für Drucksensoren erarbeitet. Der Vergleich der Konzepte führte zu dem Ergebnis, dass ein Drucksensor aus dem Polymer Polyvinylidenfluorid (PVDF) die beste Lösung wäre. Dabei bestehen das Sensorelement aus einer metallbeschichteten, piezoelektrischen PVDF-Folie und das Sensorgehäuse aus nicht piezoelektrischem PVDF.

In der vorliegenden Arbeit werden Gleichungen hergeleitet und angegeben, mit denen sich die Kennlinien und der Einfluss von Störgrößen ungefähr vorausberechnen lassen. Da die anisotropen Eigenschaften der PVDF-Folien nur angenähert berücksichtigt werden können, erreichen diese Gleichungen nur eine beschränkte Genauigkeit, geben aber den Trend des Einflusses der untersuchten Parameter auf das Sensorverhalten richtig wieder.

PVDF-Drucksensoren zeichnen sich dadurch aus, dass sie sowohl sehr schnelle als auch langsame Druckänderungen messen können. Die Messungen zeigen, dass Ansprechzeiten von weniger als 0,1 ms möglich sind, Literaturangaben lassen sogar nur wenige Nanosekunden möglich erscheinen. Die langsamsten Druckänderungen, die gemessen werden können, sind temperaturabhängig und können bei Raumtemperatur mehrere Minuten betragen. In den Drucksensoren wird die piezoelektrische PVDF-Folie durch eine Druckbelastung gedehnt. Durch diese Dehnung werden elektrische Ladungen auf der Oberfläche der PVDF-Folie aufgebaut. Die elektrische Ladung und die entsprechende elektrische Spannung sind proportional zum angelegten Druck und werden mit einer geeigneten elektronischen Schaltung gemessen.

Mehrere PVDF-Drucksensoren wurden hergestellt und ihre Eigenschaften gemessen. Es wurden unter anderem folgende Sensorparameter ermittelt: Kennlinie, Linearität, Hysterese, Wiederholbarkeit, Auflösung, Berstdruck, Arbeitsdruckbereich, Temperatur- und Feuchtigkeitsarbeitsbereich, Querempfindlichkeit gegenüber Temperatur und Feuchtigkeit, Alterung bei konstanten und wechselnden Druckbelastungen, chemische Resistenz gegenüber starken Säuren und Lösungsmitteln. Die Vor- und Nachteile der PVDF-Drucksensoren werden dargestellt und diskutiert.

Ein Demonstrator für die Überwachung von pneumatischen Ventilen wurde aufgebaut. Es wurde nachgewiesen, dass pneumatische Ventile mit Hilfe der Drucksensoren aus PVDF zuverlässig überwacht werden können.

Ferner können Drucksensoren aus PVDF in einer Reihe weiterer Anwendungen verwendet werden, in denen ein geringer Preis, hohe Lebensdauer, gute Resistenz gegen Chemikalien, schnelle Ansprechzeit, ein breiter Temperatur- und Feuchtigkeitsbereich und kleine Abmessungen und Gewicht gefordert sind.

Abstract

Within this work novel pressure sensors for the control of pneumatic and hydraulic valves were developed. Valve control is achieved by detecting, whether the pressure drop over the valve changes after a signal for valve switching has been sent. This is achieved by detecting whether the pressure falls below or exceeds a specified threshold. Besides this, the price of the pressure sensor needs to be much less than the price of the valve.

Different concepts were considered to design a low-cost pressure sensor. Comparison of these concepts resulted in the conclusion that the best solution would be to design a pressure sensor from the polymer Polyvinylidenefluoride (PVDF). In this concept the sensor element of the pressure sensor is made of a piezoelectric PVDF film and the housing is made of not piezoelectric PVDF.

Equations for the calculation of the characteristic curve and the influence of external factors on the output signal of the pressure sensor are derived and presented in this work. Anisotropic properties of PVDF films could be included only approximately in these equations. That is why the equations have a limited accuracy, but they correctly describe the qualitative influence of different external factors on the characteristic curve of the sensor.

PVDF pressure sensors are distinguished by the ability to measure very fast and also very slow pressure changes. Measurements show that they achieve a response time of less than 0.1 ms. According to literature, the response time can be as small as several nanoseconds. The longest time interval, in which slow pressure changes can be measured with appropriate accuracy, is temperature dependent. Slow pressure changes can be measured for several minutes at room temperature. In these pressure sensors the applied pressure stretches the piezoelectric PVDF film. This stretching produces an electrical charge at the surface of the PVDF film. The electric charge and the corresponding electric voltage, which are proportional to the applied pressure, are measured by an electronic circuit.

Several PVDF pressure sensors were produced and their properties were measured. The following properties of the pressure sensors were measured amongst others: characteristic curve, linearity, hysteresis, repeatability, resolution, cracking pressure, working pressure range, working temperature and humidity ranges, temperature and humidity dependence, aging at constant and cycling pressure loads, chemical resistance to strong acids and solvents. Advantages and disadvantages of the pressure sensor are presented and discussed.

Pressure sensors from PVDF can be used not only for valve control, but also in a number of other applications where low price, long service life, good resistance to chemicals, fast response time, broad working temperature and humidity ranges, small size and weight are required.

Inhaltsverzeichnis

Formelzeichen

A	Fläche	m^2
A_3	Größe der gesamten metallisierten Fläche der PVDF-Folie	m^2
A_{30}	Fläche der gesamten metallisierten Fläche der PVDF-Folie bei 0 °C	m^2
A_n	Fläche der PVDF-Folie, n=1,2	m^2
A_{n0}	Fläche der PVDF-Folie bei 0 °C, n=1,2	m^2
$A_{n\ min}$	Minimal erlaubte Fläche der PVDF-Folie, n=1,2	m^2
a	Kalibrierungskoeffizient	Pa
a_i	Beschleunigung des Drucksensors	m/s^2
$a_{i\ max}$	Maximal erlaubte Beschleunigung des Drucksensors	m/s^2
a_T	Temperaturleitfähigkeit (Temperaturleitzahl)	m^2/s
Bi	Biot-Zahl	-
b	Kalibrierungskoeffizient	Pa/V
b_V	Kritisches Druckverhältnis	-
C	Elektrische Kapazität	F
C_0	Kapazität eines parallel zur PVDF-Folie angeschlossenen Kondensators oder eines Kondensators im Ladungsverstärker	F
C_{PVDF}	Kapazität der PVDF-Folie	F
C_V	Pneumatischer Leitwert	$N\ m^3/(s\ Pa)$
C_W	Wärmekapazität der PVDF-Folie	J/(kg K)
c_{Luft}	Schallgeschwindigkeit in Luft	m/s
D_{3n}	Ladungsdichte in n- Richtung (verursacht durch die mechanische Spannung in n-Richtung), n=1..3	C/m^2
D_d	Drahtdurchmesser	m
D_F	Fick'scher Diffusionskoeffizient	
D_n	Durchmesser, n=1,2	m
D_S	Durchmesser der Schweißzone mit Draht	m
d_{3n}	Piezoelektrischer Modul in n-Richtung, n=1..3	C/N
d'_{3n}	Realteil des piezoelektrischen Moduls in n-Richtung, n=1..3	C/N
E	Elastizitätsmodul der PVDF-Folie	Pa
E'	Speichermodul für die Zugdeformation	Pa
E''	Verlustmodul für die Zugdeformation	Pa
F	Kraft	N
F_{abs}	Absoluter Messfehler	V
F_{Fluid}	Durch Fluid verursachte Kraft	N
F_{nl}	Absoluter Linearitätsfehler	V
$F_{nl\ rel}$	Relativer Linearitätsfehler	%
F_{nu}	Absoluter Nullpunktfehler	V
Fo	Fourier-Zahl	-
F_{PVDF}	Durch PVDF-Folie verursachte Kraft	N
F_{rel}	Relativer Messfehler	%
F_{st}	Absoluter Steigungsfehler	V

f_r	Resonanzfrequenz	Hz
g	Erdbeschleunigung g=9,80665	m/s^2
g_{3n}	Piezospannungskonstante in n-Richtung, n=1..3	(V m)/N
H	Hysterese	%
i	Elektrischer Strom	A
j_{aus}	Feldindices zum Zeitpunkt des Ausschaltens des Ventils (Feldindices bei fallender Signalflanke des Schnellschalt-ventils)	-
j_{ein}	Feldindices zum Zeitpunkt des Einschaltens des Ventils (Feldindices bei steigender Signalflanke des Schnellschalt-ventils)	-
j	Feldindex	-
j'	Feldindex	-
j''	Feldindex	-
k	Flächenverhältnis	-
k_1	Koeffizient	$V/Pa^{2/3}$
k_2	Koeffizient	V/Pa
k_3	Koeffizient, der die Anstiegsrate der elektrischen Ladung charakterisiert	C/s
k_p	Proportionalitätsfaktor zwischen dem Ladungsanstieg und dem Druckanstieg eines PVDF-Drucksensors	C/Pa
L	Länge	m
L_c	Charakteristische Länge der PVDF-Folie	m
L_{Fluid}	Länge der Fluidsäule	m
L_S	Mindestbreite der Schweißstelle	m
m	Masse	kg
m_{02V}	Luftmasse im Schlauch nach dem Ventil (auf der Seite des Druckwächters), bevor das Ventil geschaltet hat	kg
m_{2V}	Luftmasse im Schlauch nach dem Ventil	kg
$\dot{m}_p$	Massenstrom durch PVDF-Folie	kg/s
n	Richtung (1: Längs-, 2: Breiten-, 3: Stärkenrichtung), Feldindices	-
P	Druck	Pa
P_{02V}	Anfangsdruck an der Niederdruckseite nach dem Schnell-schaltventil, wo der PVDF-Drucksensor angeschlossen ist	Pa
P_n	Druck, n=0..2	Pa
P_{1V}	Druck an der Hochdruckseite hinter dem Schnellschaltventil	Pa
P_{2V}	Druck an der Niederdruckseite nach dem Schnellschaltventil, wo der PVDF-Drucksensor angeschlossen ist	Pa
$P_{i\,max}$	Maximaler durch die Beschleunigung verursachter Druck	Pa
P_N	Luftdruck in physikalischen Normzustand,	Pa

	$P_N = 1{,}01325 \cdot 10^5$	
P_{ref}	Druckwert vom Referenzdrucksensor	Pa
$P_{ref,\,0}$	Druckwert vom Referenzdrucksensor am Referenzpunkt	Pa
p_3	Pyroelektrischer Koeffizient	C/(m^{2}K)
Q	Elektrische Ladung	C
Q_{3n}	Elektrische Ladung auf den Oberflächen der Folie (verursacht durch die mechanische Spannung in *n*-Richtung), n=1..3	C
$Q_{ist\ max}$	Maximaler Istwert der elektrischen Ladung	C
Q_{min}	Rauschen des Messverstärkers, Messfehler des Messverstärkers	C
Q_p	Volumenstrom	m^3/s
$Q_{soll\ max}$	Maximaler Sollwert der elektrischen Ladung	C
R	Elektrischer Widerstand	Ω
R_L	Radius der PVDF-Folie	m
R_{L10}	Radius der PVDF-Folie bei 0 °C	m
R_{Ln}	Radius der PVDF-Folie, n=1,2	m
R_n	Elektrischer Widerstand, n=0,1,2	Ω
R_{PVDF}	Innenwiderstand der PVDF-Folie	Ω
R_{TN}	Gaskonstante in technischem Normzustand bei 65 % relativer Luftfeuchtigkeit), R_{TN} = 288	Nm/(kg K)
S	Signal vom Drucksensor	
S_{AG}	Signal der Ausgleichsgerade	V
S_K	Solubilitätskoeffizient	
S^k	Signal des zu kalibrierenden Drucksensors	V
S^p	Signal des Präzisionsdrucksensors	Pa
S_{PVDF}	Signal vom PVDF-Drucksensor	V
$S_{PVDF,\,ist}$	Ist-Signal vom PVDF-Drucksensor	V
$S_{PVDF,\,soll}$	Soll-Signal vom PVDF-Drucksensor	V
S^{ref}	Signal der Referenzdrucksensoren	Pa
$\bar{S}$	Mittelwert des Signals vom Drucksensor	
$\bar{S}\,\vert_{01}$	Signaländerung von Anfangswert bis Mittelwert bei Druckbeaufschlagung	
$\hat{S}\,\vert_{01}$	Signaländerung vom Anfangswert bis Maximum bei Druckbeaufschlagung	
s	Elastische Nachgiebigkeit	Pa^{-1}
s'_{11}	Realteil der elastischen Nachgiebigkeit in 1-Richtung	Pa^{-1}
s'_{22}	Realteil der elastischen Nachgiebigkeit in 2-Richtung	Pa^{-1}
T	Temperatur	K
T_∞	Temperatur nach dem Temperaturausgleich zwischen der Membran und der Umgebungsluft	K
T_0	Anfangstemperatur der Membran	K
T_{1V}	Temperatur an der Hochdruckseite hinter dem Ventil	K
T_{2V}	Temperatur an der Niederdruckseite hinter dem Ventil	K
T_N	Lufttemperatur im physikalischen Normzustand, T_N = 273,15	K

T_{TN}	Lufttemperatur im technischen Normzustand, T_{TN} = 293,15	K
T_u	Umgebungstemperatur	K
t	Dicke der PVDF-Folie	m
t_0	Dicke der PVDF-Folie bei 0 °C	m
$tan\ \delta$	Verlustfaktor des Elastizitätsmoduls der PVDF-Folie	-
$tan\ \delta_e$	Dielektrischer Verlustfaktor der PVDF-Folie	-
U	Elektrische Spannung	V
$U(\tau=0)$	Elektrische Spannung am Anfang der Druckbelastung, Zeitpunkt $\tau = 0$	V
U_0	Elektrische Spannung zwischen den Elektroden der PVDF-Folie	V
U_a	Ausgangsspannung	V
U_e	Eingangsspannung	V
U_{0T}	Durch den pyroelektrischen Effekt verursachte elektrische Spannung zwischen den Elektroden der PVDF-Folie	V
V_{2V}	Volumen im Schlauch nach dem Ventil	m^3
w_0	Auslenkung der PVDF-Folie unter Druck	m
α	Wärmeausdehnungskoeffizient der PVDF-Folie	K^{-1}
α_m	Permeabilitätskoeffizient der PVDF-Folie für Massenstrom	kg/(Pa s m)
α_V	Permeabilitätskoeffizient der PVDF-Folie für Volumenstrom	m^2/(Pa s)
α_w	Wärmeübergangskoeffizient	W/(m^2K)
χ	Relativer Messfehler	%
χ_E	Durch das elektronische Rauschen verursachter relativer Messfehler	%
χ_P	Durch den pyroelektrischen Effekt verursachter relativer Messfehler	%
ΔP	Druckdifferenz	Pa
ΔP_{max}	Maximal erlaubte Druckdifferenz, Berstdruck	Pa
ΔP_{min}	Absoluter Messfehler des Druckwächters	Pa
ΔP_p	Partialdruckdifferenz zwischen den beiden Seiten der PVDF-Folie	Pa
ΔP_{ref}	Wertebereich des Referenzdrucksensorsignals	Pa
ΔQ	Ladungsdifferenz, Absoluter Messfehler	C
ΔS_{PVDF}	Wertebereich des PVDF-Drucksensorsignals	V
$\Delta S_{PVDF,\ ist}$	Ist-Signalspanne des PVDF-Drucksensors bei Nenndruck	V
$\Delta S_{PVDF,\ soll}$	Soll-Signalspanne des PVDF-Drucksensors bei Nenndruck	V
ΔT	Temperaturänderung	K
$\Delta T(\tau)$	Anzugleichende Temperaturdifferenz zum Zeitpunkt τ	K
$\Delta T(\tau = 0)$	Anzugleichende anfängliche Temperaturdifferenz	K
ΔT_m	Änderung der Membrantemperatur	K
ΔT_{min}	Absoluter Messfehler des Temperatursensors	K
Δt	Änderung der Dicke der PVDF-Folie	m

ΔU	Spannungsdifferenz, Absoluter Messfehler	V
δ	Phasenverschiebung zwischen mechanischer Spannung und Dehnung	rad
ε	Dehnung der PVDF-Folie	-
ε_0	Dielektrizitätskonstante des Vakuums bzw. Influenzkonstante $\varepsilon_0 = 8{,}85 \cdot 10^{-12}$	$C^2/(J\ m)$
ε_{m0}	Amplitude der Dehnung	-
ε_R	Radiale Dehnung der PVDF-Folie	-
ε_Γ	Dielektrizitätskonstante von PVDF	-
ε'	Realteil der Dielektrizitätskonstante von PVDF	-
λ	Wärmeleitfähigkeit	W/(mK)
ν	Querdehnungszahl der PVDF-Folie	-
$\rho_{e\ PVDF}$	Spezifischer elektrischer Widerstand der PVDF-Folie	Ωm
ρ_{Fluid}	Dichte des Fluids	kg/m^3
ρ_{PVDF}	Dichte der PVDF-Folie	kg/m^3
ρ_{TN}	Luftdichte im technischen Normzustand, ρ_{TN} = 1,184	kg/m^3
σ	Mechanische Spannung der PVDF-Folie in 1- und 2-Richtung	Pa
σ_0	Mechanische Spannung bei nichtvorhandene Vorspannung der Folie (σ_V = 0).	Pa
σ_D	Durch die Dehnung der PVDF-Folie hervorgerufene mechanische Spannung	Pa
σ_{m0}	Amplitude der mechanischen Spannung	Pa
σ_n	Mechanische Spannung der PVDF-Folie in *n*- Richtung, *n* = 1..3	Pa
σ_V	Mechanische Vorspannung der PVDF-Folie	Pa
σ_X	Zugspannung in *X*-Richtung	Pa
σ_Y	Streckfestigkeit (Berstspannung) der PVDF-Folie	Pa
σ_{Y2}	Streckfestigkeit der PVDF-Folie in 2-Richtung	Pa
τ	Zeit	s
τ_0	Druckanstiegszeit (Zeitintervall in welchem der Druck seinen maximalen Wert erreicht hat)	s
τ_{30}	Zeit, in welcher die Spannung der PVDF-Folie auf bis zu 30% der Anfangsspannung sinkt	s
ω	Kreisfrequenz	Hz
ω_R	Resonanzkreisfrequenz	Hz

1 Einleitung

In industriellen Anlagen kommt eine Vielzahl von Ventilen zum Einsatz. Wenn eines der Ventile ausfällt, ist die Fehlersuche oft sehr schwer und der entstehende Schaden sehr groß. Deshalb wäre es wünschenswert, den tatsächlichen Öffnungszustand eines Ventils auf einfache Weise überprüfen zu können. Dazu reicht es in der Regel aus, mit einem einfachen Druckwächter festzustellen, ob ein vorgegebener Druckabfall über dem Ventilsitz über- oder unterschritten wird. Ein Druckwächter oder ein Druckschalter ist ein Druckaufnehmer, welche nur bei der Über- oder Unterschreitung einer bestimmten Druckschwelle ein elektrisches Ausgangssignal liefert oder elektrische Kontakte betätigt.

Bisher wird der weite Einsatz solcher Druckwächter für die Ventilüberwachung durch ihren hohen Preis eingeschränkt. Ein Druckwächter darf nur einen Bruchteil des Preises des Ventils kosten. Stünden preiswerte Druckwächter erst einmal zur Verfügung, so gäbe es noch eine ganze Reihe weiterer Anwendungen dafür. So könnte z.B. festgestellt werden, ob Filter oder Staubsaugerbeutel gewechselt werden müssen oder ob Pumpen noch einwandfrei funktionieren. Im Rahmen der vorliegenden Arbeit sollte deshalb nach möglichst preiswerten Lösungen für Druckwächter gesucht werden.

Die Anforderungen, die an einen Druckwächter für die Überwachung von Ventilen gestellt werden müssen, wurden im folgenden Lastenheft zusammengefasst:

Lastenheft

Schaltschwelle	wählbar zwischen 10 kPa und 2.000 kPa
Einstellung der Schaltschwelle	mechanisch oder elektronisch
Genauigkeit der Schaltschwelle	± 10 % (im Arbeitstemperaturbereich)
Berstdruck	5 MPa
Messzeit	< 0,5 ms
Maximale Beschleunigung durch Vibrationen	100 g (bei 20 – 2000 Hz)
Maximale Beschleunigung durch Stöße	500 g
Versorgungsspannung	5 V, 12 V oder 24 V
Arbeitstemperaturbereich	- 40 °C bis + 80 °C
Feuchtigkeitsbereich	0 bis 100 %RH

Lastenheft (Fortsetzung)

Chemisches Verhalten	weitgehend chemisch inert gegenüber Säuren, Laugen und Lösungsmitteln
Medien	Verwendbar für Gase und Flüssigkeiten
Ausgangssignal	Digital (z.B. TTL, CMOS oder ein anderer Standard)
Lebensdauer (bei zyklischer Belastung, 30 °C, ± 10 %)	> 10^8 Schaltzyklen
Lebensdauer (bei statischer Belastung, 30 °C, ± 10 %)	> 10 Jahre
Lagerzeit	> 15 Jahre
Preis	< 5 € (auch für kleine Stückzahlen)
Größe	< 5 x 5 x 5 mm^3

Zunächst wurden die auf dem Markt erhältlichen Druckwächter und Drucksensoren analysiert und ihre technischen Parameter mit dem oben dargestellten Lastenheft verglichen. Die vorhandenen Druckwächter erfüllen nicht die Anforderungen des Lastenheftes und können auch nicht mit geringem Aufwand so verbessert werden, dass die Anforderungen des Lastenheftes erfüllt werden.

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wird der Aufbau von Drucksensoren aus Polymeren als viel versprechend eingeschätzt, weil dadurch ein gutes chemisches Verhalten und ein geringer Preis erreicht werden können. Unterschiedliche piezoresistive und piezoelektrische Polymere wurden verglichen. Das Polymer PVDF wurde dann als aussichtsreichste Lösung für die experimentelle Erprobung ausgewählt, weil PVDF starke piezoelektrische und sehr gute chemische und mechanische Eigenschaften hat.

Im Folgenden wurden die Eigenschaften der PVDF-Folien untersucht, aus welchen die Druckwächter hergestellt wurden. Es wurde ein Konzept für Druckwächter entwickelt. Das Konzept für den Druckwächter kann Anhand von Abbildung 1.1 erklärt werden. Der Druckwächter besteht aus einem oberen und einem unteren Gehäuseteil und einer dazwischen freihängenden piezoelektrischen PVDF-Folie. Die PVDF-Folie ist auf beiden Seiten mit Metallelektroden beschichtet. Beiden Elektroden der PVDF-Folie sind über elektrische Leitungen mit einem Verstärker verbunden. Wenn ein Druck an die PVDF-Folie angelegt wird, wird die Folie gedehnt und erzeugt eine elektrische Ladung und eine entsprechende elektrische Spannung. Die elektrische Ladung und elektrische Spannung sind proportional zur Größe des angelegten Druckes. Das Ausgangssignal wird mit einem Verstärker verstärkt und in einen Komparator mit einer vorgegebenen Druckschwelle verglichen. Bei Unter- oder Überschreitung der Druckschwelle erzeugt der Druckwächter ein Ausgangssignal.

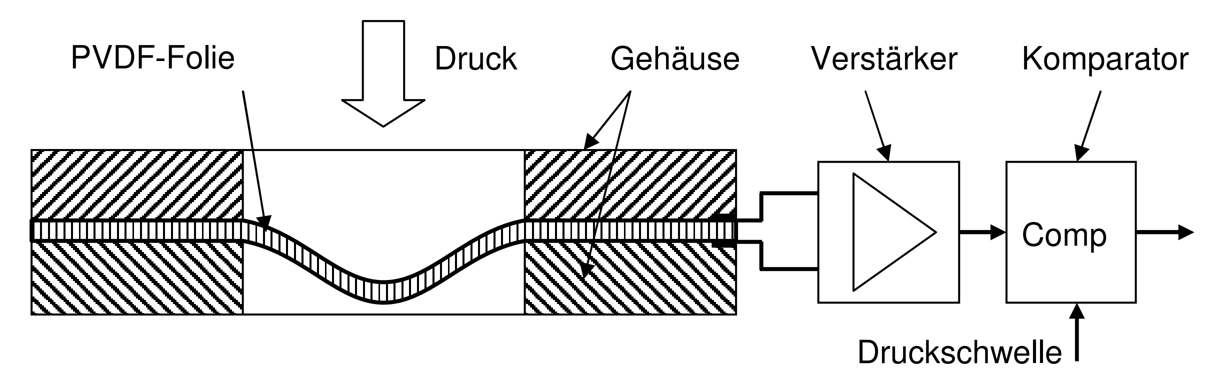


Abb. 1.1: Funktionsprinzip des PVDF-Druckwächers

Druckwächter nach oben dargestelltem Konzept wurden hergestellt und Ihre Eigenschaften wurden untersucht und mit den Anforderungen des Lastenheftes verglichen. Außerdem wurde ein Demonstrator aufgebaut, mit dem der Ausfall eines Ventils simuliert und so die Funktion eines Druckwächters überprüft werden kann.

In Kapitel 2 werden Prinzipien der Ventilüberwachung mit Hilfe von Druckwächtern vorgestellt. Kapitel 3 analysiert die schon am Markt oder aus der Literatur bekannten Druckwächter. Darüber hinaus werden unterschiedliche Konzepte für Druckwächter verglichen und ein geeignetes Konzept auf Basis einer piezoelektrischen PVDF-Folie als Sensorelement ausgewählt. Der Stand der Forschung bei Drucksensoren aus PVDF-Folien wird dargestellt. In Kapitel 4 werden die physikalischen Eigenschaften von PVDF-Folien im Hinblick auf ihre Verwendung in Druckwächtern beschrieben.

Kapitel 5 stellt die Messaufbauten zum Testen der Drucksensoren dar. Im Kapitel 6 wird die Verfahrensentwicklung zur Fertigung der Druckwächter auf der Basis von PVDF-Folien beschrieben.

In Kapitel 7 wird die Entwicklung des Designs von Druckwächtern auf der Basis von PVDF-Folien präsentiert und die technischen Parameter von PVDF-Druckwächtern werden berechnet. Die mit den in Kapitel 5 beschriebenen Messaufbauten gemessenen technischen Parameter (Kennlinie, Messgenauigkeit, Temperatur- und Feuchtigkeitsabhängigkeit, Alterungsverhalten, usw.) von Druckwächtern werden in Kapitel 8 dargestellt. Darüber hinaus werden die Integration von PVDF-Druckwächtern in pneumatische Ventile und die Zustandsüberwachung von pneumatischen Ventilen mit Hilfe der PVDF-Druckwächter beschrieben.

2 Prinzipien der Ventilüberwachung mit Hilfe von Druckwächtern

2.1 Alterung und Ausfall von Ventilen

Um die Notwendigkeit der Ventilüberwachung aufzuzeigen, werden im Folgenden Daten über Ventilausfälle in Betrieben unter realen Arbeitsbedingungen dargestellt.

Schuster hat die Alterung und Ausfallrate von hydraulischen Ventilen unter Feldbedingungen untersucht [Schu04, Schu06]. Er hat festgestellt, dass die Ausfallrate und die erwartete Lebensdauer von hydraulischen Schaltventilen sehr stark von den Betriebsbedingungen abhängen. Seinen Untersuchungen zufolge beträgt die Ausfallwahrscheinlichkeit in einem Jahr für hydraulische Schaltventile ca. 0,4 bis ca. 14 %. Wenn die Betriebsbedingungen des Herstellers eingehalten sind, kann die Ausfallwahrscheinlichkeit geringer als 0,4 % im Jahr sein. Wenn die Betriebsbedingungen des Ventilherstellers nicht eingehalten werden (z.B. Ölfilter wird nicht gewechselt, Hydrauliköl wird zu selten gewechselt, Ventilbenutzung bei hoher Öltemperatur, usw.), kann die Ausfallwahrscheinlichkeit von Schaltventilen sehr hoch sein.

Schuster hat Felddaten von unterschiedlichen Ventilanwendern untersucht [Schu04, Schu06]. Z.B. sind bei einem Anwender von 8050 Schaltventilen ca. 45 Ventile im Jahr ausgefallen. Der Untersuchungszeitraum für diesen Anwender betrug ca. 3 Jahre. Bei dem anderen Anwender sind von ca. 25000 Ventilen in unterschiedlichen Jahren von 83 bis 128 Ventilen ausgefallen. Der Untersuchungszeitraum für den zweiten Anwender betrug 4 Jahre.

Die Ausfallrate von pneumatischen Ventilen ist vergleichbar mit der Ausfallrate von hydraulischen Ventilen.

Die oben dargestellten Untersuchungen zeigen, dass es in Betrieben mit mehreren tausenden Ventilen jeder Woche zu mehreren Ventilausfällen kommen kann. Die Suche nach einem fehlerhaften Ventil kann viel Zeit in Anspruch nehmen und der entstehende Schaden kann sehr groß sein. Deshalb wäre es wünschenswert, die Funktion eines Ventils auf einfache Weise kontrollieren zu können. Dadurch kann das fehlerhafte Ventil schnell gefunden und ausgetauscht werden. Die entstehenden Schäden werden entsprechend reduziert. Die Funktion eines Ventils kann mit einem Druckwächter kontrolliert werden. Die theoretischen Grundlagen der Zustandsüberwachung von pneumatischen und hydraulischen Ventilen mit Hilfe von Druckwächtern werden im folgenden Kapitel dargestellt.

2.2 Anordnung von Druckwächtern zur Zustandsüberwachung von pneumatischen und hydraulischen Ventilen

Ein Druckwächter muss folgende Zustände feststellen können: das Ventil öffnet, wenn es öffnen soll, das Ventil bleibt geöffnet, das Ventil schließt, wenn es schließen soll, das Ventil bleibt geschlossen. Dazu muss ein Druckwächter viel preisgünstiger als ein Ventil sein.

Im Weiteren wird der Einsatz von Drucksensoren in pneumatischen Schaltungen analysiert, weil die im Rahmen dieser Arbeit entwickelten Druckwächter hauptsächlich für den Einsatz in der Pneumatik vorgesehen sind. Die Ergebnisse, welche für pneumatische Schaltungen erzielt werden, können auch auf hydraulische Schaltungen übertragen werden.

Der Einfachheit halber wird ein 2/2 Wege Schaltventil betrachtet. Kombination von Blenden, Drosseln, Ventilen und andere pneumatischen Elementen am Eingang bzw. am Ausgang des Ventils werden als pneumatische Widerstände am Eingang bzw. am Ausgang bezeichnet.

Ein Druckwächter muss da an einem Ventil platziert werden, wo sich beim Schalten der Druck ändert. Das ist an jedem Anschluss des Ventils der Fall, an dem ein pneumatischer Widerstand angebracht ist. Der Druckwächter kann auch zwischen den beiden Anschlüssen des Ventils angebracht werden, wenn mindestens an einem Anschluss des Ventils ein pneumatischer Widerstand angebracht ist. Wenn weder am Einlass noch am Auslass des Ventils ein pneumatischer Widerstand angebracht ist und der Ventilausgang an einen Kolben mit einem kleinen Volumen angeschlossen ist, kann ein Druckwächter am Ausgang des Ventils oder zwischen Eingang und Ausgang angebracht werden, weil der Druck am Ausgang des Ventils steigt, wenn der Kolben mit Druckluft gefüllt wird.

Keine der oben beschriebenen Anordnungen ist geeignet, wenn das Ventil direkt an eine Konstantdruckquelle angeschlossen ist und hinter dem Ventil ein sehr großer Kolben angebracht ist, der nur zu einer sehr langsamen Druckänderung am Ausgang des Ventils führt.

Alternativ zu einem Druckwächter könnte auch ein Flusssensor verwendet werden, der die Strömung durch das Ventil misst. Der Vorteil des Flusssensors ist, dass er in allen oben beschriebenen Schaltungen (auch in der Schaltung, bei der ein Ventil ein Konstantdrucknetz mit einem sehr großen Kolben verbindet) für Ventilüberwachung eingesetzt werden kann. Der Vorteil eines Druckwächters im Vergleich zu einem Flusssensor liegt im geringeren Kostenaufwand.

Druckwächter können auch für die Zustandüberwachung von 3/2-Wege Schaltventilen, 5/3-Wege Schaltventilen und anderen Ventilen verwendet werden. In diesen Fällen können die Druckwächter direkt an den Anschlüssen oder zwischen zwei Anschlüssen dieser Ventile montiert werden.

Es muss aber berücksichtigt werden, dass die Druckschwelle eines Druckwächters für jede pneumatische Schaltung individuell berechnet und eingestellt werden muss. Wenn sich der Druck in der Druckluftversorgung ändert, muss die Druckschwelle neu eingestellt werden, oder die möglichen Druckänderungen in der Druckluftversorgung müssen bei der Einstellung (oder der Auswahl) des Druckwächters von Anfang an berücksichtigt werden.

Ein Druckwächter kann auch einen Fehlzustand anzeigen, wenn sich der Druck im fluidischen System insgesamt gewollt oder aufgrund einer Fehlfunktion einer anderen Komponente verändert, obwohl am zu überwachenden Ventil kein Defekt vorliegt. Das bedeutet einerseits, dass sich der Ort einer Fehlfunktion besser eingrenzen lässt, wenn die Schaltschwelle des Druckwächters hoch genug eingestellt ist. Andererseits kann mit einem Druckwächter nicht nur ein einzelnes Ventil überwacht werden, sondern unter Umständen eine gesamte pneumatische Schaltung.

3 Stand der Forschung

3.1 Stand der Forschung bei Druckwächtern

Ein Druckschalter ist ein Druckaufnehmer, der bei Erreichen eines bestimmten Druckes (einer Druckschwelle) elektrische Kontakte öffnet oder schließt oder am Ausgang ein elektrisches Signal generiert und so Steuerfunktionen ausübt. Ein Druckwächter ist ein Druckschalter, der als Überwachungsgerät eingesetzt ist. Somit werden die Begriffe Druckschalter und Druckwächter als Synonyme verwandt.

Druckschalter können eine [Bowe94, Groo01, Hoda90, Huff92, Maki90, Mlyn80, Oliv62, Peac74, Voss05] oder mehrere [Baad89, Bred95, Drec03, Kreu89, Druckschwellen haben und entsprechend unterschiedliche elektrische Kontakte betätigen, bzw. unterschiedliche digitale oder analoge Ausgangssignale generieren. Die Druckschwellen können fest oder einstellbar sein. Druckschalter können Absolutdruck [Baad89, Bowe94, Bred95, Huff92, Kreu89, Mlyn80, Maki90, Oliv62, Peac74, Voss05] oder dynamische Druckänderungen [Kuni05] messen. Bezüglich ihres Aufbaus können Druckschalter in elektromechanische Druckschalter [Baad89, Bowe94, Bred95, Groo01, Hoda90, Huff92, Kreu89, Maki90, Mlyn80, Oliv62, Peac74, Voss05] und elektronische Druckschalter (solid-state pressure switch) [Drec03, Kuni05, Kurt03, Kurt05, Mill03, Miya04, Wagn00] unterteilt werden.

Die meisten Druckschalter sind elektromechanische Geräte. Allerdings haben elektromechanische Druckschalter die folgenden Nachteile: Sie sind nicht sehr zuverlässig [Kurt05]. Die Analyse von auf den Markt erhältlichen Druckschaltern zeigt, dass die Lebensdauer von elektromechanischen Druckschaltern relativ gering ist und im Durchschnitt 1 - 5 Millionen Schaltzyklen beträgt. Ein weiterer Nachteil ist, dass sie im Langzeitbetrieb teuer sind [Kurt03]. Elektromechanische Druckschalter sind relativ kostengünstig, aber wegen ihrer hohen Fehlerrate müssen sie relativ oft ausgetauscht werden, was große Arbeitskosten verursacht. Zu den weiteren Nachteilen gehört ihre geringe Genauigkeit der Druckschwelle, ein nur kleiner einstellbarer Druckmessbereich, schlechte Werte für Hysterese, schlechte Temperatur- und Langzeitstabilität. Aus diesen Gründen werden elektromechanische Druckschalter öfter durch elektronische Druckschalter ersetzt [Kurt03, Kurt05].

Zu den Nachteilen von elektronischen Druckwächtern gehören ihr hoher Preis (normalerweise über 200 €), Empfindlichkeit gegen elektromagnetische Strahlung und elektrische und magnetische Felder [Gems04, VDC01].

Deshalb sollte im Rahmen dieser Arbeit ein neuer, sehr kostengünstiger elektronischer Druckwächter für die Überwachung von Ventilen entwickelt werden. Die technischen Parameter dieses Druckwächters sind im Lastenheft dargestellt.

3.2 Analyse unterschiedlicher Konzepte für Druckwächter

Die Analyse von auf dem Markt erhältlichen Drucksensoren und Druckwächtern zeigt, dass zurzeit kein Drucksensor oder Druckwächter angeboten wird, der alle im Lastenheft dargestellten Anforderungen erfüllt. Die vorhandenen Sensoren können auch nicht mit geringem Aufwand so verbessert werden, dass die Anforderungen des Lastenheftes erfüllt werden. Einige der Sensoren haben einen zu hohen Preis oder zu große Abmessungen, die anderen haben eine zu geringe Lebensdauer, einen zu

geringen Arbeitsdruck- oder Arbeitstemperaturbereich, schlechte chemische Eigenschaften oder eine zu lange Messzeit.

Sehr gute Beständigkeit gegen viele Chemikalien und ein geringer Preis können durch die Fertigung von Druckwächtern aus chemisch inerten Kunststoffen (wie Polytetrafluorethylen (PTFE), Polyetheretherketon (PEEK), Polyvinylidenefluorid (PVDF) usw.) erzielt werden. Das bedeutet, dass Sensorgehäuse und Sensorelement aus solchen Kunststoffen bestehen oder mit ihnen laminiert werden müssen. Das Sensorelement kann aus piezoresistivem oder aus piezoelektrischem Kunststoff hergestellt werden. Ein bekanntes piezoresistives Polymer, Poly-3,4-Ethylendioxythiophen (PEDT), wurde bereits für die Herstellung von Dehnungsmessstreifen verwendet [Mate06].

Es gibt die folgenden piezoelektrischen Kunststoffe [Harr01]: PVDF und seine Copolymere u.a. Poly(vinylidenefluorid-co-trifluorethylen) [P(VDF-TrFE)], ungerades Nylon (semikristallines Polymer mit sehr guten piezoelektrischen Eigenschaften, besonderes bei hohen Temperaturen), geradzahliges Nylon, wie Nylon 61 und Nylon 61/6T, semikristalline Polymere u.a. Polyharnstoffe (Polyureas), Liquid-crystalline Polymere und Biopolymere, amorphe Polymere wie Polyvinylidenchlorid (PVC), PVAc, P(VDCN-VAc), Polyacrylnitril (PAN), PPEN, Nitril-substituiertes Polyimid (ß-CN)APB/ODPA, aliphatisches Polyurethan, usw.

PVDF und seine Copolymere sind die einzigen kommerziell erhältlichen piezoelektrischen Kunststoffe. PVDF hat sehr starke piezoelektrische Eigenschaften und sehr gute chemische und mechanische Eigenschaften. Deshalb erscheinen PVDF und seine Copolymere besser als die anderen piezoelektrischen und piezoresistiven Kunststoffe für den Einsatz als Sensorelemente in einem Druckwächter geeignet.

PVDF hat folgende besonderen Eigenschaften:

- Resistenz gegenüber vielen gebräuchlichen Chemikalien wie Säuren (H_2SO_4, HCl, usw.), Laugen (NaOH, KOH, usw.), Lösungsmitteln (Acetonitril, Chloroform, usw.). Das chemische Verhalten von PVDF gegenüber vielen Chemikalien ist im Anhang 1 dargestellt.
- starker piezoelektrischer Effekt ($d_{33} = -33 \cdot 10^{-12}$ C/N, $d_{31} = 23 \cdot 10^{-12}$ C/N)
- elektrische Isolatorwirkung (volumetrischer spezifischer Widerstand $\rho_{es} > 10^{13}$ Ωm)
- gute Witterungs- und UV-Beständigkeit (keine Änderung von mechanischen und optischen Eigenschaften nach mehr als 35 Jahren Freilandbewitterung) [Celi05a, Celi05b, Darg05b, Gu02, Iezz97, Wall61].

Diese Eigenschaften machen PVDF zu einer guten Wahl für den Einsatz in Druckwächtern. Nicht nur die Sensormembran sondern auch das Gehäuse und evtl. der ganze Druckwächter können aus PVDF hergestellt werden. Metallelektroden aus Gold, Silber oder anderen Metallen können auf einer PVDF-Sensorfolie durch Sputtern angebracht und wenn nötig, fotolithografisch strukturiert werden. Die physikalischen Eigenschaften von PVDF werden detailliert in Kapitel 3 diskutiert.

Folien, Balken, Rohre oder Platten aus PVDF werden von mehreren Firmen angeboten, z.B. NOWOFOL Kunststoffprodukte GmbH & Co. KG, W. Max Wirth GmbH Kunststoff Erzeugnisse und Bikar – Metalle GmbH. Piezoelektrische PVDF-Folien, die für die Sensorfolien des Druckwächters benötigt werden, werden von folgenden Firmen angeboten: Measurement Specialities Inc. (USA), AIRMAR Technology Corp. (USA), Precision Acoustics Ltd. (UK), PIEZOTECH S.A. (FR).

3.3 Stand der Forschung bei Drucksensoren aus PVDF-Folien

Es gibt mehrere Typen von Sensoren auf der Basis von piezoelektrischen Polymerfolien für die Messung von Kräften und Drücken. Das Messprinzip von Sensoren für die Messung von sich schnell ändernden (dynamischen) Drücken basiert darauf, dass durch Belastung eines piezoelektrischen Materials mit einer mechanischen Spannung eine elektrische Ladung erzeugt wird. Diese elektrische Ladung und die entsprechende elektrische Spannung sind proportional zur mechanischen Belastung. Wenn auf ein piezoelektrisches Material eine konstante mechanische Belastung wirkt, wird eine konstante elektrische Ladung erzeugt, die sich langsam über den Innenwiderstand des Piezomaterials und den Widerstand der angeschlossenen elektronischen Schaltungen abfließt. Das führt dazu, dass nach einer bestimmten Zeit die Ausgangsladung des Piezomaterials verschwindet, obwohl es weiterhin der mechanischen Belastung ausgesetzt ist. Deshalb sind solche Sensoren nur für die Messung von dynamischen und quasi-statischen Kräften und Drücken geeignet [Koal85, Kole98, MSI99, Roch88, Swan01, Yant04, Zahn05]. Neben den Sensoren für die Messung von dynamischen Kräften und Drücken, gibt es auch Sensoren auf der Basis von piezoelektrischen PVDF-Folien, welche für die Messung von statischen Kräften und Drücken geeignet sind. Diese Sensoren haben verschiedene Messprinzipien. Unten werden einige Drucksensoren und ihre Funktionsprinzipien kurz dargestellt.

3.3.1 Sensor für akustische Stosswellenimpulse

In dem Patent EP0255636 von Hans Rochling, von der Siemens Aktiengesellschaft ist ein Sensor für akustische Stosswellenimpulse beschrieben, der aus einer Piezofolie bzw. einer PVDF-Folie derart aufgebaut ist, dass er sehr schnelle Druckimpulse in Flüssigkeiten messen kann [Roch88]. Nachteilig bei dieser Art von Drucksensor ist, dass er nur für die Messung von sehr schnellen Druckänderungen geeignet ist. Für die Überwachung von Ventilen oder Filtern müssen aber auch Druckänderungen, die bis zu 0,1 s und länger dauern, gemessen werden können.

Weitere Sensoren für die Messung von dynamischen Drücken sind bei Barsky und Zhang beschrieben [Bars89, Zhan05].

3.3.2 Entwicklung von Hydrophonen aus PVDF-Folien

Hydrophone sind Geräte für die Aufnahme von akustischen und Ultraschallwellen in Flüssigkeiten. Es gibt zwei Typen von Hydrophonen: Membran- und Nadelhydrophone. Piezoelektrische PVDF-Folien werden als Sensorelemente sowohl in Membranhydrophonen [Hahn05, Lum98, Scha91] als auch in Nadelhydrophonen [Chan89, Hahn05] verwendet. Bei Lum entwickelte Membranhydrophone können Ultraschallwellen mit hoher Frequenz (von 5 bis 150 MHz) empfangen [Lum95, Lum98].

3.3.3 Taktiler Sensor

Ein aktiver taktiler Sensor auf der Basis von piezoelektrischen PVDF-Folien für die Messung von auf die Sensoroberfläche wirkenden Kräften und Drücken wurde von Dvorsky et. al. entwickelt [Dvor87]. Dieser Sensor besteht aus einer piezoelektrischen Folie mit vielen Elektroden auf beiden Seiten der piezoelektrischen Folie (antreibende Folie). Die Elektroden formen eine Matrix mit N x M Sensorelementen auf der piezoelektrischen Folie, welche getrennt aktiviert werden können. Auf der piezoelektrischen Folie ist eine isolierende Folie angebracht. An der isolierenden Folie ist

eine piezoelektrische Folie befestigt (sensitive Folie). Diese piezoelektrische Folie hat auf beiden Seiten Elektroden.

Der taktile Sensor funktioniert folgendermaßen: an den Elektroden der antreibenden Folie wird eine Wechselspannung mit konstanter Amplitude angelegt. Die Frequenz dieser Wechselspannung ändert sich mit der Zeit. Die antreibende Folie vibriert und die Vibrationen übertragen sich über die isolierende Folie zur sensitiven Folie. Die Ausgangsspannung an der sensitiven Folie wird mit einer elektronischen Schaltung aufgenommen. Die Amplitude dieser Ausgangsspannung wird gemessen und analysiert. Wenn die Sensorfolie einer mechanischen Belastung ausgesetzt wird, ändern sich die mechanische und akustische Kopplung zwischen der antreibenden und sensitiven Folie. Deshalb ändert sich die Amplitude der Ausgangsspannung an der sensitiven Folie. Die Frequenz an der sensitiven Folie ist gleich der Frequenz der Wechselspannung, die an der antreibenden Folie angelegt ist. Durch Messung der Amplitude der Ausgangsspannung der sensitiven Folie kann man die Größe der angelegten Kraft bestimmen. Wenn diese Kraft und der entsprechende Druck sich ändern, dann ändert sich die Amplitude der Ausgangsspannung und die Resonanzfrequenz des taktilen Sensors. Durch Ansprechen der verschiedenen Elektroden der antreibenden Folie, können unterschiedliche Bereiche mit der Wechselspannung angeregt und in diesen Bereichen Kraft und Druck gemessen werden.

Außerdem biegt sich die sensitive Folie, wenn der Sensor mit einer dynamischen Kraft belastet wird, und erzeugt wegen ihrer piezoelektrischen Eigenschaften für kurze Zeit eine Spannung.

3.3.4 Sensor nach dem Prinzip des piezoelektrischen Transformators

Schumacher hat 1991 einen auf dem piezoelektrischen Transformator-Prinzip basierenden Drucksensor aus PVDF-Folien entwickelt [Schu91]. In diesem Sensor wird die Abhängigkeit des piezoelektrischen Moduls d_{32} von der mechanischen Spannung ausgenutzt. Die nichtlinearen Eigenschaften von PVDF-Folien sind in Abbildung 3.1 dargestellt. Auffallend ist die lineare Abnahme des piezoelektrischen Moduls mit der statischen mechanischen Spannung [Schu91].

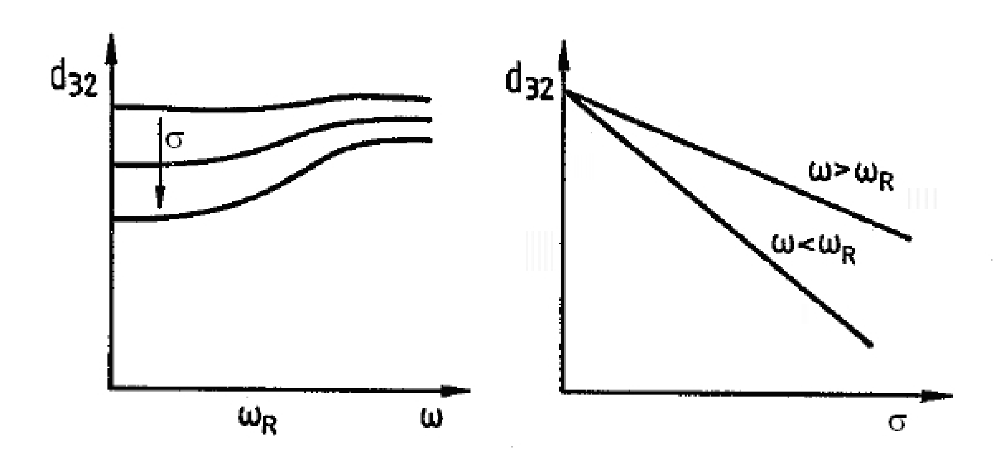


Abb. 3.1: Prinzipielle Frequenz- und Spannungsabhängigkeit von einachsig gerecktem PVDF ($\omega_R \approx 30\ Hz$) (nach [Schu91]).

Der prinzipielle Aufbau des Drucksensors und das Funktionsprinzip des piezoelektrischen Transformators sind in Abbildung 3.2 dargestellt. Die PVDF-Folien 1 und 2 sind zusammengeklebt und werden in X-Richtung gedehnt. Dabei entsteht eine

Zugspannung σ_X in beiden Folien. Folie 2 wird mit einer Wechselspannung U_e angeregt. Dadurch vibriert Folie 2. Diese Vibration wird auf Folie 1 übertragen. Die Ausgangsspannung U_a wird an Folie 1 gemessen. Der Übertragungsfaktor ist das Verhältnis der Ausgangsspannung zur Eingangsspannung. Die nichtlinearen Eigenschaften der Folie führen zu einer lastabhängigen Änderung des Übertragungsfaktors. Daraus ergibt sich bei konstanter Eingangsspannung eine Änderung der Ausgangsspannung mit der auf die Folie wirkenden Kraft [Schu91].

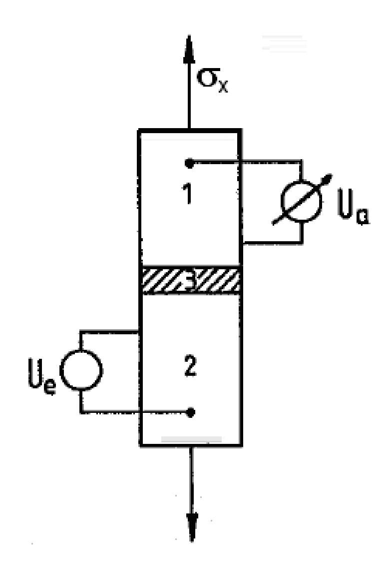


Abb. 3.2: Prinzipieller Aufbau des Sensors aus uniaxialen PVDF-Folien. Bei Folie 1 stimmt die Orientierung mit der X-Richtung überein, bei Folie 2 liegt sie dazu senkrecht. Bereich 3 symbolisiert die Klebestelle des Sensors.

Schumacher hat festgestellt, dass zu den Nachteilen dieses Sensors eine hohe Temperaturabhängigkeit und geringe Empfindlichkeit von ca. $3{,}8 \cdot 10^{-12}\ \frac{V}{V\ Pa}$ gehören [Schu91].

3.3.5 Sensor nach dem Prinzip der Kapazitätsmessung einer PVDF-Folie

Drucksensoren auf der Basis von PVDF-Folien können auch auf dem Prinzip einer kapazitiven Messung aufbauen. PVDF-Folien mit beidseitiger Metallbeschichtung werden mit Druck belastet und die Kapazität dieser Folien wird gemessen. PVDF-Folien in solchen Drucksensoren müssen nicht polarisiert werden. Dehnungsmessstreifen und Drucksensoren nach dem kapazitiven Messprinzip aus PVDF-Folien wurden bei Arshak et. al. entwickelt [Arsh00, Arsh05, Arsh06a, Arsh06b]. Das Funktionsprinzip von kapazitiven PVDF-Drucksensoren kann anhand von Abb. 3.3 erklärt werden.

Die Kapazität der beidseitig metallbeschichteten PVDF-Folie wird mit einer elektronischen Schaltung gemessen. Wenn ein Druck an die PVDF-Folie angelegt wird, wird die Folie komprimiert. Gleichzeitig ändert sich die Dielektrizitätskonstante der PVDF-Folie (siehe Abb. 4.8). Die Änderung der Dicke der PVDF-Folie für Drücke bis 100 kPa ist vernachlässigbar klein (E = 2 GPa):

$$\varepsilon = \frac{\Delta t}{t} = \frac{P}{E} = \frac{100\ kPa}{2\ GPa} = 5 \cdot 10^{-5}$$

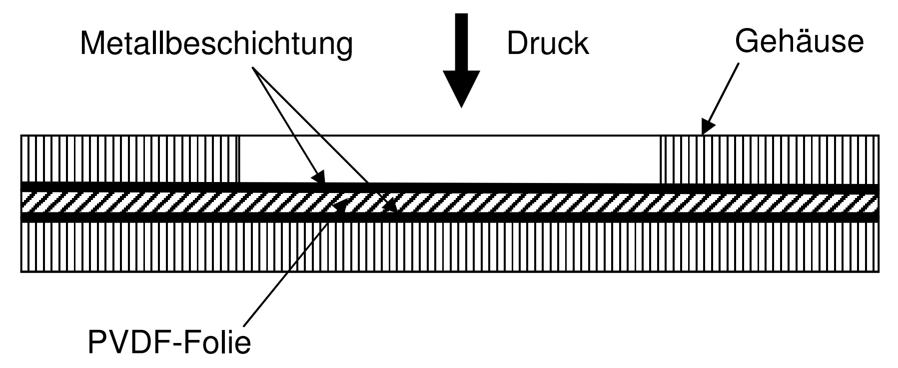


Abb. 3.3: Konstruktion eines PVDF-Drucksensors nach dem kapazitiven Messprinzip.

Deshalb wird die Änderung der Kapazität hauptsächlich durch die Änderung der Dielektrizitätskonstante der PVDF-Folie verursacht. Die Kapazität der PVDF-Folie kann mit Gleichung 4.3 berechnet werden. Arshak hat der Kapazität einer 110 µm dicken PVDF-Folie mit beidseitig aufgetragenen 10x15 mm großen Elektroden bei einer Frequenz von 100 kHz gemessen. Er hat festgestellt, dass sich die Kapazität durch 100 kPa Druckbelastung um ca. 3 % ändert. Der Sensor hat eine Wiederholgenauigkeit und Hysterese von jeweils 6 % [Arsh06a, Arsh06b].

Sencadas et. al. hat die Dielektrizitätskonstante einer nicht polarisierten PVDF-Folie in einem breiten Temperaturbereich untersucht [Senc05]. Seine Messergebnisse zeigen, dass die Abhängigkeit der Dielektrizitätskonstante von der Temperatur nicht linear ist. Aus seinen Messergebnissen folgt auch, dass die Dielektrizitätskonstante einer PVDF-Folie um ca. 200 % steigt, wenn die Temperatur sich von - 40 °C auf 80 °C ändert (Abb. 4.10). Da die Kapazität der PVDF-Folie proportional zur Dielektrizitätskonstante ist, steigt die Kapazität auch um 200 % wenn die Temperatur von - 40 °C bis 80 °C steigt. Die Temperatur hat somit einen viel größeren Einfluss auf die Kapazität der PVDF-Folie als der Druck, weil die Kapazitätsänderung durch 10 kPa Druckbelastung vergleichbar mit derjenigen von ca. 0,2 °C Temperaturänderung ist. Deshalb ist eine präzise Temperaturkompensation für kapazitive PVDF-Drucksensoren notwendig. Die elektronische Schaltung für die Temperaturkompensation kann nicht einfach und kostengünstig aufgebaut werden, weil die Temperatur einerseits mit hoher Genauigkeit (besser als 0,2 °C) gemessen werden muss und die Kapazität andererseits nicht linear von der Temperatur abhängt. Das kapazitive Druckmessprinzip wurde im Rahmen der vorliegenden Arbeit nicht weiter untersucht, weil damit kein niedriger Preis erreichbar erscheint.

4 Eigenschaften von PVDF-Folien

4.1 Piezo- und pyroelektrische Eigenschaften von PVDF-Folien

4.1.1 Piezoelektrizität

Unter Piezoelektrizität versteht man die Eigenschaft einiger Materialien mit einem elektrischen Signal bzw. einer Ladungserzeugung zu reagieren, wenn sie einem Spannungs- und Dehnungszustand ausgesetzt werden. Dieser Effekt ist umkehrbar, so dass sich piezoelektrische Materialien deformieren, wenn sie einer elektrischen Spannung ausgesetzt werden.

Bei der Piezoelektrizität in Polymeren liegt kein einkristallines Material sondern eine komplexe Struktur verschiedener Kristallphasen vor, die in eine amorphe Umgebung eingebettet sind. Der Mechanismus der Piezoelektrizität ist wesentlich durch die Eigenschaften dieser Struktur bestimmt. Kristallite in PVDF können α-, β-, δ-, γ-, und ε- Phasen haben. Bei PVDF ist der Polarisation der β-Phase für das Zustandekommen des Piezoeffektes verantwortlich [Bihl90, Nalw91, Tash81]. Um PVDF mit Kristallen der β-Phase zu erzeugen, muss es während der Herstellung mechanisch gezogen werden [Darg06]. Die Copolymere von PVDF kristallisieren direkt in die polare β-Phase und es ist nicht notwendig, sie während der Herstellung zu ziehen.

Abbildung 4.1 zeigt einen schematischen Schnitt durch eine polarisierte PVDF-Folie quer zur Oberfläche.

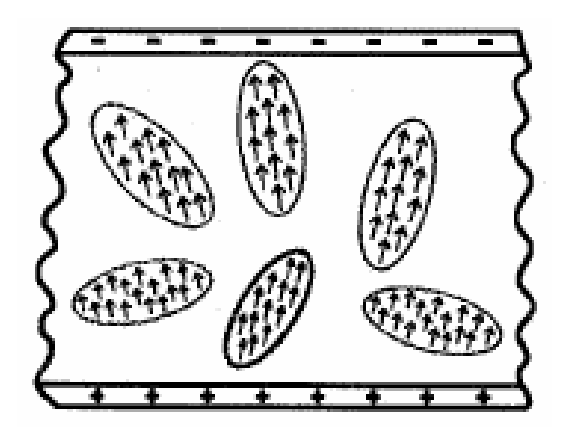


Abb. 4.1: Modellvorstellung zur Piezoelektrizität in PVDF. Die Kristallite sind als Ellipsoide dargestellt. Die Pfeile stellen die Orientierung der Dipolmomente quer zu den Ketten dar. Die Kristallite sind in einer weichen amorphen Umgebung eingebettet. Auf den Elektroden sitzen Kompensationsladungen (aus [Bihl90]).

Kristallite mit orientierten Dipolen liegen in einer amorphen Umgebung gleichmäßig verteilt. Die Änderung der Volumendichte der permanent orientierten Dipolmomente bei Dimensionsänderungen der Probe unter äußerem Druck bzw. Zug stellt den Hauptbeitrag zum Piezoeffekt in PVDF dar.

PVDF ist ferroelektrisch, das heißt, dass dieses Material direkt nach der Herstellung noch nicht piezoelektrisch ist, sondern erst durch das Anlegen einer großen elektrischen Feldstärke von ca. 50 - 100 MV/m polarisiert und damit piezoelektrisch wird. Dies ist eine gewisse Analogie zu ferromagnetischen Materialien, die auch erst magnetisiert werden müssen, bevor sie als Dauermagnete eingesetzt werden können. Die Bezeichnung „ferroelektrisch“ geht auf diese Analogie zurück.

Genauso wie ferromagnetische Materialien haben auch ferroelektrische Materialien eine Curietemperatur, oberhalb derer der Piezoeffekt verschwindet und nach dem Abkühlen durch eine neuerliche Polarisation erst wiederhergestellt werden muss.

Den Zusammenhang zwischen mechanischer Spannungsbeanspruchung und erzeugter elektrischer Ladung stellt der piezoelektrische Modul d_{3n} her (Gleichungen 4.1, 4.2). Wegen der stark anisotropen Eigenschaften von PVDF-Folien müssen die elektrischen und mechanischen Eigenschaften richtungsabhängig betrachtet werden (Abbildung 4.2). Der erste Index des piezoelektrischen Moduls benennt die Richtung, in der die Elektroden angebracht sind. Mit dem Index 3 wird die während des Herstellungsprozesses festgelegte Polarisationsrichtung bezeichnet. Bei Folien steht die Polarisationsrichtung aus praktischen Gründen fast immer senkrecht zur Folienoberfläche. Der zweite Index bezieht sich auf die betrachtete Koordinatenrichtung, in der eine mechanische Spannung oder Dehnung entsteht bzw. aufgebracht wird.

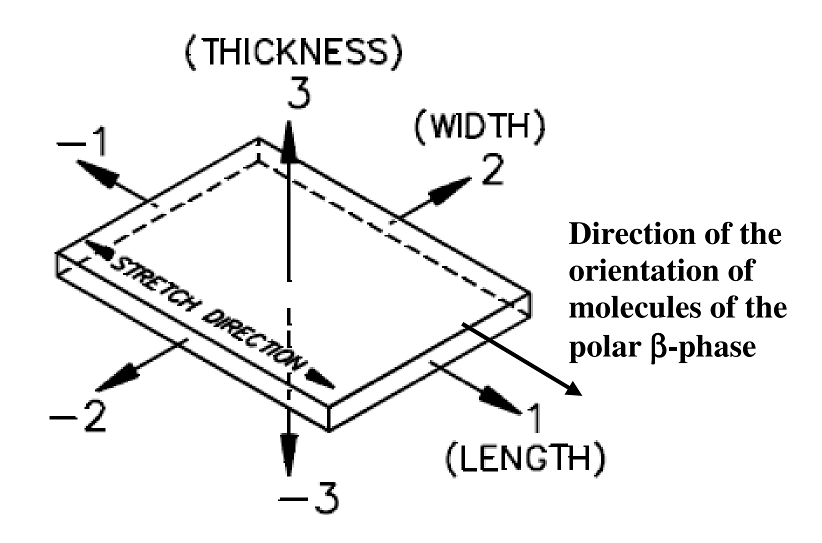


Abb. 4.2: Richtungskonvention für PVDF-Filme [MSI99].

Die Ladungsdichte auf der Oberfläche der PVDF-Folie kann mit folgender Gleichung berechnet werden:

$$D_{3n} = \frac{Q_{3n}}{A} = d_{3n}\ \sigma_n \tag{4.1}$$

Mit Gleichung 4.1 ergibt sich für die erzeugte Gesamtladung Q auf der PVDF-Folie folgender Zusammenhang:

$$Q = A \cdot \sum_{n=1}^{3} D_{3n} = A \cdot \sum_{n=1}^{3} d_{3n}\ \sigma_n \tag{4.2}$$

Die Folienkapazität kann mit folgender Gleichung berechnet werden:

$$C_{PVDF} = \varepsilon_0\ \varepsilon_\Gamma\ \frac{A}{t} \tag{4.3}$$

Mit den Gleichungen 4.2 und 4.3 kann die elektrische Spannung auf der Folienoberfläche berechnet werden:

$$U_0 = \frac{Q}{C_{PVDF}} = \frac{A \cdot \sum_{n=1}^{3} d_{3n}\ \sigma_n}{\frac{\varepsilon_\Gamma\ \varepsilon_0\ A}{t}} = t \cdot \sum_{n=1}^{3} \frac{d_{3n}}{\varepsilon_\Gamma\ \varepsilon_0} \sigma_n = t \cdot \sum_{n=1}^{3} g_{3n}\ \sigma_n \qquad (4.4)$$

$$g_{3n} = \frac{d_{3n}}{\varepsilon_\Gamma \varepsilon_0} \qquad (4.5)$$

4.1.2 Pyroelektrizität

Pyroelektrizität (auch: pyroelektrischer Effekt, pyroelektrische Polarisation) ist die Eigenschaft einiger piezoelektrischer Kristalle, auf eine Temperaturänderung ΔT mit Ladungstrennung zu reagieren. Die resultierende Spannungsdifferenz kann an den Oberflächen mit Elektroden abgegriffen werden.

PVDF und seine Copolymere besitzen starke pyroelektrische Eigenschaften. Das pyroelektrische Verhalten von PVDF-Folien ist durch die folgenden Gleichungen charakterisiert:

$$Q = p_3\ \Delta T\ A \qquad (4.6)$$

$$U_{0T} = \frac{Q}{C_{PVDF}} = \frac{p_3\ t\ \Delta T}{\varepsilon_0\ \varepsilon_\Gamma} \qquad (4.7)$$

Die Ladungen, die die PVDF-Folie erzeugt, fließen durch den Innenwiderstand der PVDF-Folie und den Widerstand der Messelektronik ab. Deshalb erzeugt eine PVDF-Folie nach einer schnellen Temperaturänderung am Ausgang nur für eine bestimmte, kurze Zeit (weinige Sekunden) eine elektrische Spannung. Eine schnelle Temperaturänderung kann z.B. dann auftreten, wenn durch das Öffnen eines Ventils ein kaltes oder heißes Medium über den Druckwächter fließt. Wenn sich die Temperatur an der PVDF-Folie langsam ändert, wird keine oder eine nur sehr kleine Ausgangsspannung erzeugt (vgl. Kapitel 7.4.2).

Die PVDF-Folie kann nicht nur durch das Medium sondern auch durch Infrarotstrahlung erwärmt werden. PVDF-Folien sind gegenüber Infrarotstrahlung mit Wellenlängen von 7 bis 20 µm empfindlich [MSI99]. Während der Erwärmung mit Infrarotstrahlung erzeugen PVDF-Folien elektrische Ladungen.

Aus oben genannten Gründen es ist erforderlich, Drucksensoren aus PVDF-Folien mit zusätzlichen Komponenten für die Temperaturkompensation zu versehen (vgl. Kapitel 7.4.2, 7.5 und 7.6) und vor Infrarotstrahlung zu schützen. Besonderes sorgfällig müssen Druckwächter für die Messung von Druckschwankungen bei niedrigen Frequenzen (<0.01 bis 1 Hz) entworfen werden, damit langsame Änderungen der Umgebungstemperatur keine Messfehler verursachen.

4.2 Thermische Stabilität von PVDF-Folien

4.2.1 Thermische Stabilität der piezoelektrischen Eigenschaften

Die thermische Stabilität von polarisierten PVDF- und Copolymer-Folien hängt von der Herstellungstechnologie dieser Folien ab. Deshalb haben PVDF- und Copolymer-Folien von verschiedenen Herstellern unterschiedliche thermische Stabilität.

Es gibt zwei sehr wichtige Temperaturen für PVDF und seine Copolymere, und im Allgemeinen für alle thermoplastischen Polymere: Die Glasübergangs- und die Schmelztemperatur.

Die Glasübergangstemperatur für PVDF liegt bei -42 °C. Bei der Unterschreitung der Glasübergangstemperatur werden die Polymerketten steif und unbeweglich, weil die amorphe Phase des PVDF fest wird. Deshalb wird das Polymer zerbrechlich und spröde.

Die Schmelztemperatur für PVDF liegt bei etwa 180 °C. Bei der Überschreitung der Schmelztemperatur verschwindet die Kristallinität im Polymer, weil die Kristallphase schmilzt. Das Polymer wird dann amorph. Viele praktische Anwendungen von Polymeren liegen im Temperaturbereich zwischen der Glasübergangs- und Schmelztemperatur.

Für einen Druckwächter mit PVDF-Sensorfolie bedeutet dies, dass er nicht unter -42 °C verwendet werden darf, weil die Sensorfolie bei niedrigeren Temperaturen bei einem relativ niedrigen Druck zerbrochen werden kann. Die maximale Arbeitstemperatur des Druckwächters hängt vom Herstellungsverfahren der PVDF- und Copolymer-Folien ab. Die maximale Arbeitstemperatur der Sensorfolien liegt normalerweise im Bereich von 80 °C bis 160 °C.

Die piezoelektrischen Folien von AIRMAR Technology Corp. haben unter Raumbedingungen (Aufbewahrung in einem Lager) eine Langzeitstabilität von 7 Jahren (längere Untersuchungen wurden nicht durchgeführt) [AIRM99]. Eine Lagerung der PVDF-Folien von AIRMAR Technology Corp. für 19 Monate bei 90 °C (längere Untersuchungen wurden nicht durchgeführt) verursacht keine Änderung in den piezoelektrischen Eigenschaften. Auch die wiederholte Erwärmung auf 90 °C (10 Zyklen mit 2 Stunden Dauer) verursacht keine Veränderung in den piezoelektrischen Eigenschaften [AIRM99]. Die Änderung der piezoelektrischen Eigenschaften von PVDF-Folien von AIRMAR Technology Corp. nach einer Stunde Erwärmung bis zur vorgegebenen Temperatur ist in Abbildung 4.3 dargestellt. Die piezoelektrischen Eigenschaften von PVDF-Folien ändern sich nicht weiter, wenn sie länger als eine Stunde auf eine bestimmte Temperatur erwärmt werden [AIRM99].

Die Benutzung von PVDF-Folien bei Temperaturen über +100 °C führt zur Materialalterung: die Empfindlichkeit der PVDF-Folien nimmt ab und es kommt zu schnellem Kriechen und der Änderung von mechanischen Eigenschaften. Für die PVDF-Folien der Firma MSI beträgt der erlaubte Temperaturbereich von -40 °C bis +80 … 100 °C, für die Copolymer Folien ist die maximale Temperatur auf +115 bis 145 °C begrenzt.

Dargaville et. al. haben PVDF und seine Copolymere bei unterschiedlichen Temperaturen getempert [Celi05b, Darg05a]. Es wurde festgestellt, dass der d_{33} Koeffizient von PVDF-Folien der Firma MSI USA, Inc. bei Raum-Temperatur in den ersten Tagen nach dem Tempern bei 50 °C, 80 °C bzw. 125 °C sinkt und danach konstant blieb. Die Curie-Temperatur der PVDF-Folie ist größer als die Schmelztemperatur. Deshalb verschwinden die piezoelektrischen Eigenschaften von PVDF-Folien erst nach dem Schmelzen. Wenn eine PVDF-Folie auf eine Temperatur unterhalb der Schmelztemperatur erhitzt wird, sinken die piezoelektrischen Koeffizienten in der ersten Zeit nach dem Tempern und bleiben danach konstant. Dargaville et. al. hat festgestellt, dass PVDF bis ca. 160 °C piezoelektrisch bleibt [Darg05a].

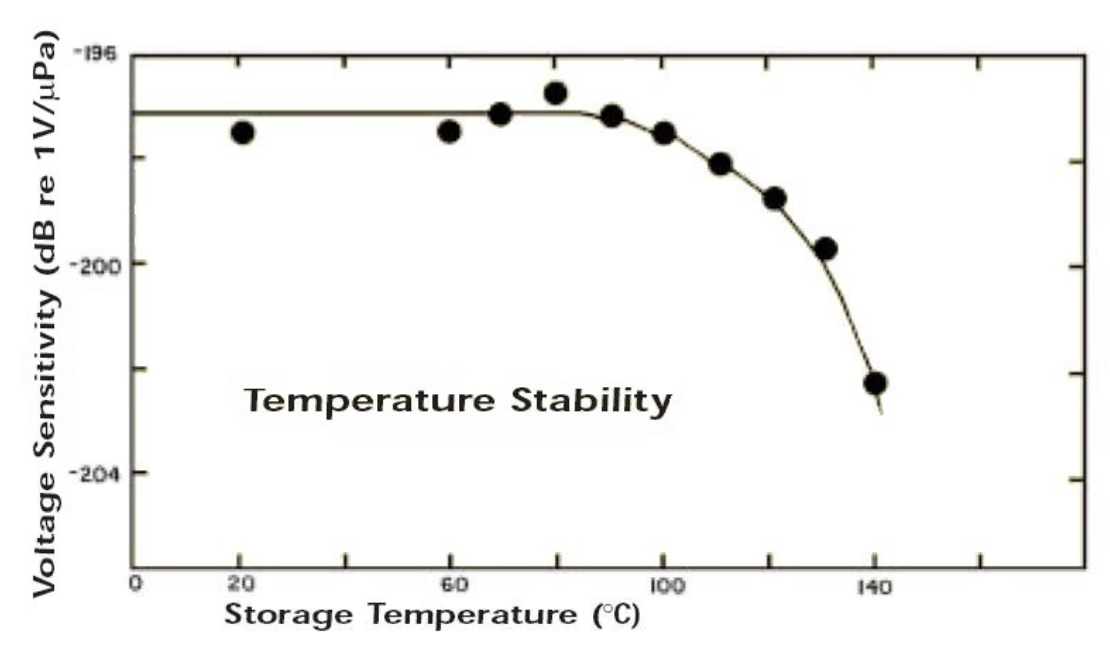


Abb. 4.3: Die Temperaturstabilität von piezoelektrischen Folien der Firma AIRMAR Technology Corporation [AIRM99].

4.2.2 Schrumpfen von PVDF-Folien nach dem Tempern

Der Einfluss erhöhter Temperaturen auf Abmessungen und Fläche von PVDF-Folien wurde in [Darg05a, Senc03, Senc04a] untersucht. Es wurde eine ca. 15 %-ige Verringerung der Folienfläche nach dem Tempern von PVDF-Folien bei 150 °C festgestellt. Der Grund für das Schrumpfen von PVDF-Folien bei erhöhten Temperaturen ist die Erhöhung der Mobilität von Molekularketten, was zur Freisetzung von internen mechanischen Spannungen in während des Herstellungsprozess stark gereckten PVDF-Folien führt. Das Schrumpfen von PVDF-Folien während des Betriebs von PVDF-Druckwächtern muss vermieden werden. Deshalb müssen die PVDF Folien schon vor dem Einbau in den Druckwächter bei der maximalen Arbeitstemperatur getempert werden. Wenn das Sensorgehäuse auch aus PVDF hergestellt wird, muss es auch bei der maximalen Arbeitstemperatur getempert werden. Dies ist notwendig, damit sich der mechanische Spannungszustand der Folie während des Betriebs nicht verändert und so zu einem unerwünschten elektrischen Ausgangssignal führt.

4.3 Temperatur-, Druck- und Frequenzabhängigkeit von PVDF-Folien

4.3.1 Temperatur- und Druckabhängigkeit des Piezoeffekts

Die Temperaturabhängigkeit der piezoelektrischen Module von PVDF wurde von Destruel et. al. untersucht [Dest84, Vino02a]. Es wurde festgestellt, dass die piezoelektrischen Koeffizienten von PVDF stark temperaturabhängig sind (siehe Abbildung 4.4). In [MSI99] wurde die Abhängigkeit der piezoelektrischen Module d_{31} und g_{31} der PVDF-Folien der Firma Measurement Specialities Inc. von der Temperatur untersucht. Diese Abhängigkeiten sind in Abbildung 4.5 dargestellt.

Der piezoelektrische Koeffizient g_{31} kann mit Gleichung 4.5 berechnet werden. In Abbildung 4.5 ist zu erkennen, dass der piezoelektrischer Koeffizient g_{31} eine geringere Temperaturabhängigkeit aufweist als der piezoelektrische Koeffizient d_{31}, und dass diese Temperaturabhängigkeit linear ist. Das liegt daran, dass die Dielektrizitätskon-

stante von PVDF sich mit der Temperatur in die gleiche Richtung ändert wie der piezoelektrische Modul d_{31} (siehe Abbildung 4.10), und diese Temperaturänderungen des piezoelektrischen Moduls d_{31} und der Dielektrizitätskonstante ε_r sich teilweise gegenseitig kompensieren (siehe Gleichung 4.5). Deshalb ist für einen Druckwächter, der so aufgebaut ist, dass das Ausgangssignal durch die piezoelektrischen Koeffizienten g_{3n} und nicht durch die piezoelektrischen Module d_{3n} bestimmt ist, zu erwarten, dass sein Ausgangssignal weniger stark von der Temperatur abhängt (vgl. Kapitel 8.2.11).

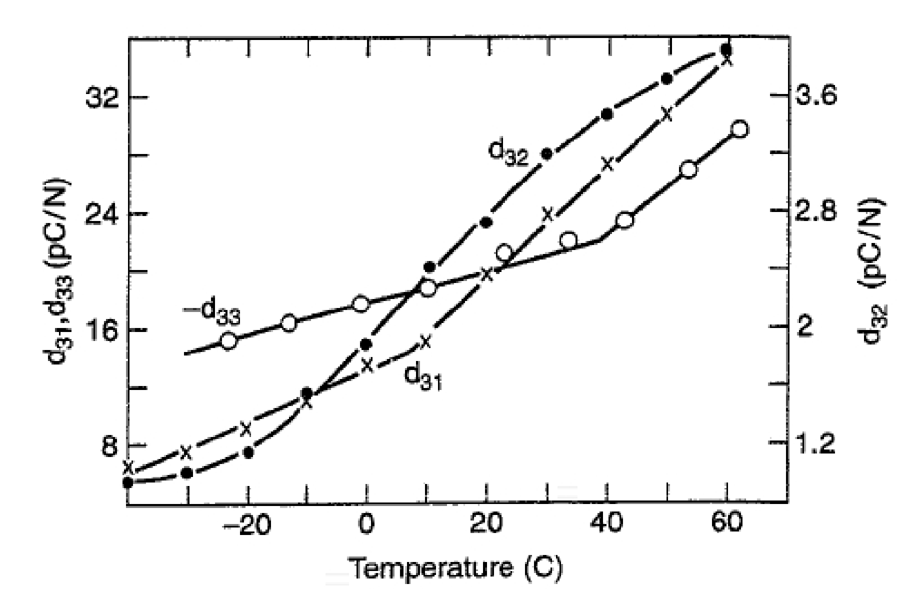


Abb.4.4: Temperaturabhängigkeit der piezoelektrischen Module von PVDF [Dest84, Vino02a].

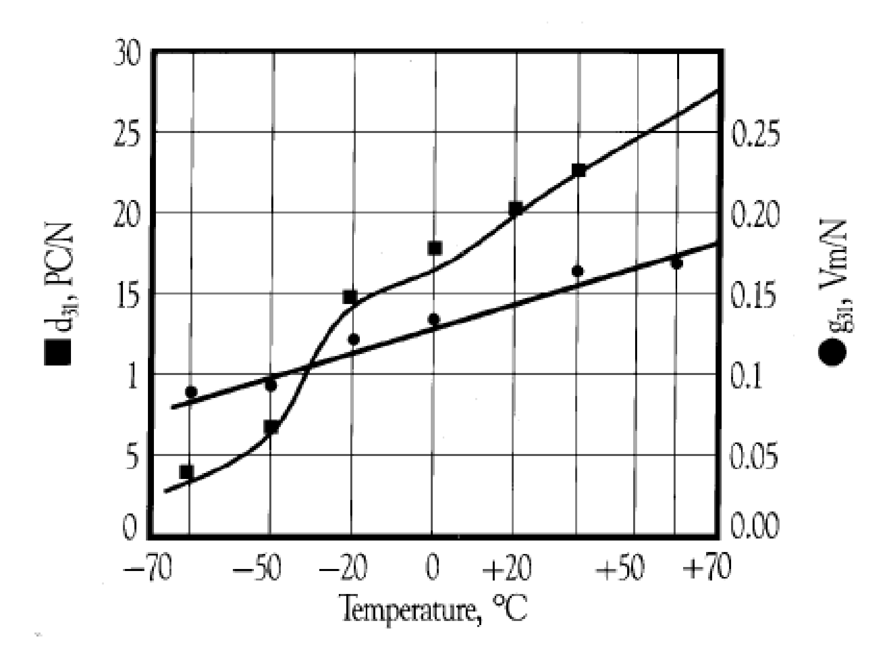


Abb. 4.5: Temperaturabhängigkeit der piezoelektrischen Module d_{31} und g_{31} der PVDF-Folien der Firma Measurement Specialities Inc. [MSI99].

In [Schu91] wurde die Abhängigkeit des piezoelektrischen Moduls von PVDF-Folien von der mechanischen Spannung und der Temperatur untersucht. Abbildung 4.6 zeigt die Abhängigkeit des piezoelektrischen Moduls d_{31} von der Vorspannung bei

einer Temperatur von 370 K. Nach Nachlassen der Vorspannung erreicht d_{31} wieder seinen Ausgangswert. Im Allgemeinen sind die piezoelektrischen Module d_{31} und d_{32} komplexe Funktionen der Temperatur und der mechanischen Belastung [Schu91]. Daraus folgt, dass die Kennlinien von PVDF-Druckwächtern im Allgemeinen nicht linear sind und bei unterschiedlichen Temperaturen verschiedene Formen haben können. Deshalb sind spezielle konstruktive und Herstellungsmaßnahmen erforderlich, um in einem großen Temperaturbereich lineare Kennlinien für Druckwächter zu erhalten.

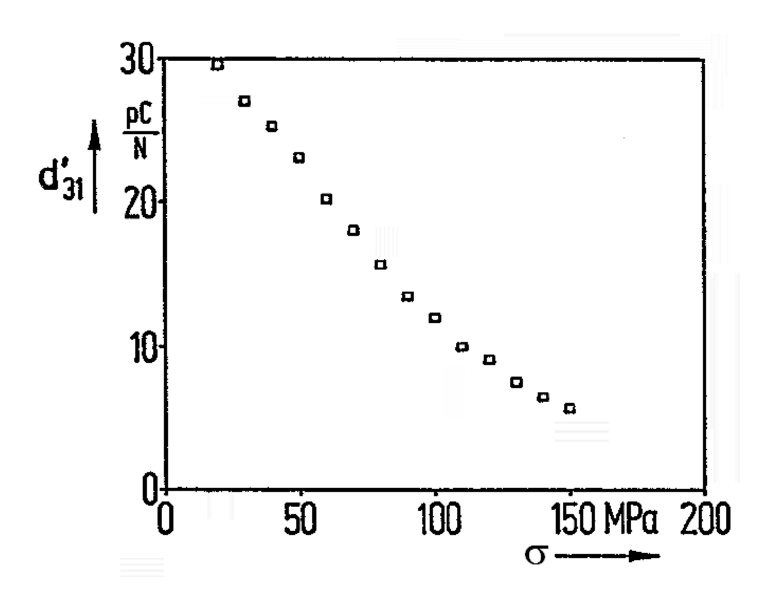


Abb. 4.6: Abhängigkeit von d_{31} von der mechanischen Vorspannung bei einer Temperatur von 370 K (nach [Schu91]).

Wenn das Drucksensorgehäuse und die piezoelektrische PVDF-Folie unterschiedliche Temperaturausdehnungskoeffizienten haben, kann sich in der PVDF-Folie eine mechanische Vorspannung aufbauen, welche durch die Temperaturänderung verursacht ist. Die piezoelektrischen Konstanten einer PVDF-Folie sind von der mechanischen Vorspannung abhängig. Deshalb ändern sich die piezoelektrischen Module, wenn die PVDF-Folie durch die Temperaturänderung vorgespannt wird. Um den Einfluss der Temperaturausdehnung des Sensorgehäuses auf die piezoelektrischen Konstanten der PVDF-Folie zu minimieren, muss das Sensorgehäuse aus dem gleichen Material wie die Sensorfolie hergestellt werden.

4.3.2 Frequenzabhängigkeit des Piezoeffekts

Das nichtlineare Verhalten von PVDF hat eine ausgeprägte Relaxation (Änderung der piezoelektrischen Module mit der Zeit nach dem Einfluss einer konstanten mechanischen Spannung) [Schu91].

Sowohl der piezoelektrische Modul bei hochfrequenter mechanischer Belastung als auch die Relaxationsstufe (Differenz zwischen dem piezoelektrischen Modul bei konstanter mechanischer Spannung und bei hochfrequenter mechanischer Spannung) hängen von einer statischen Vorspannung ab. Die Relaxationszeit τ (die Zeit, in welcher die piezoelektrische Konstante sich nach dem Anlegen einer mechanischen Belastung verändert) ist weitgehend unabhängig von der Vorspannung und die Temperatur [Schu91]. Die Frequenzabhängigkeit der Piezokonstanten d_{32} für verschiedene Temperaturen ist in Abbildung 4.7 dargestellt. Wie man sieht, wird der

Piezomodul d_{32} mit zunehmender Frequenz größer und diese Zunahme ist umso ausgeprägter, je höher die Temperatur ist.

Die Vorspannungsabhängigkeit der Dielektrizitätszahl wurde in [Schu91] untersucht. Die Dielektrizitätszahl nimmt mit zunehmender Vorspannung zu, und weist Relaxationseffekte auf (Abb. 4.8).

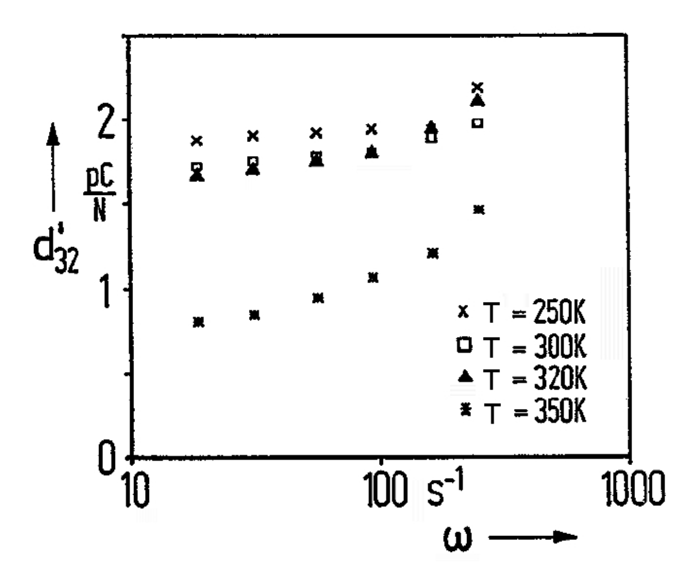


Abb. 4.7: Frequenzabhängigkeit der Piezokonstanten d_{32} für verschiedene Temperaturen (σ = 20 MPa) (nach [Schu91]).

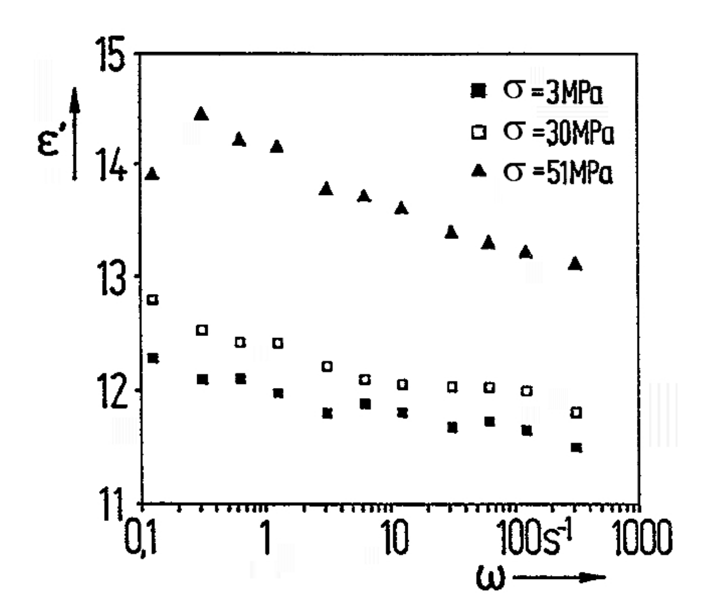


Abb. 4.8: Die Dispersion der dielektrischen Konstanten ε' zeigt eine deutliche Abhängigkeit von der mechanischen Vorspannung σ (T = 292 K) (nach [Schu91]).

Die Relaxation der piezoelektrischen Module und der Dielektrizitätszahl bedeutet für einen Druckwächter, dass bei unterschiedlichen Schaltfrequenzen eines Ventils das Ausgangssignal des Druckwächters unterschiedlich sein kann. Dieser Unterschied ist umso größer je höher die Temperatur ist.

4.3.3 Temperaturabhängigkeit der Kapazität der PVDF Folie

Die Kapazität einer PVDF-Folie kann mit Gleichung 4.3 berechnet werden. Die Temperaturabhängigkeit der Kapazität von 28 µm und 6 µm dicken piezoelektrischen

PVDF-Folien wurde bei Srama et. al. untersucht [Sram04]. Es wurde festgestellt, dass die Kapazität von PVDF-Folien sich sehr stark mit der Temperatur ändert (siehe Abbildung 4.9).

Die Änderung der Kapazität von PVDF-Folien kann durch die Änderung der Dielektrizitätszahl, der Fläche und der Dicke der Folie erklärt werden (siehe Gleichung 4.3). Die Änderung der Dielektrizitätszahl einer 28 µm dicken polarisierten PVDF-Folie von MSI USA, Inc. wurde im Temperaturbereich von -190 °C bis 125 °C durch Sencadas et. al. untersucht (siehe Abbildung 4.10) [Senc05].

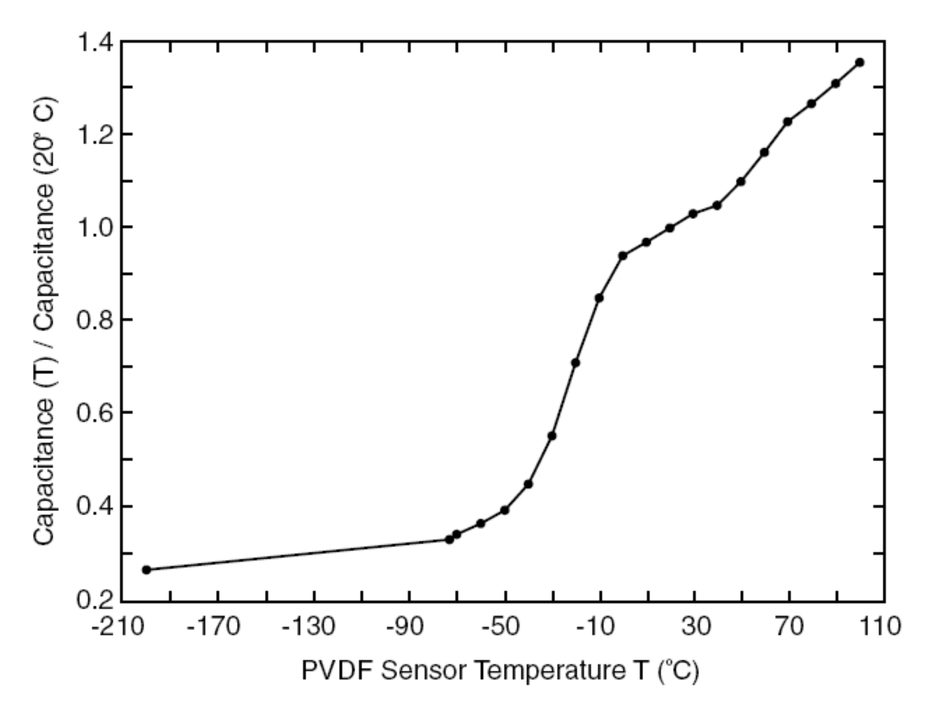


Abb. 4.9: Abhängigkeit der Kapazität einer PVDF-Folie von der Temperatur. Die Kapazitätswerte sind auf den Kapazitätswert bei 20 °C normalisiert [Sram04].

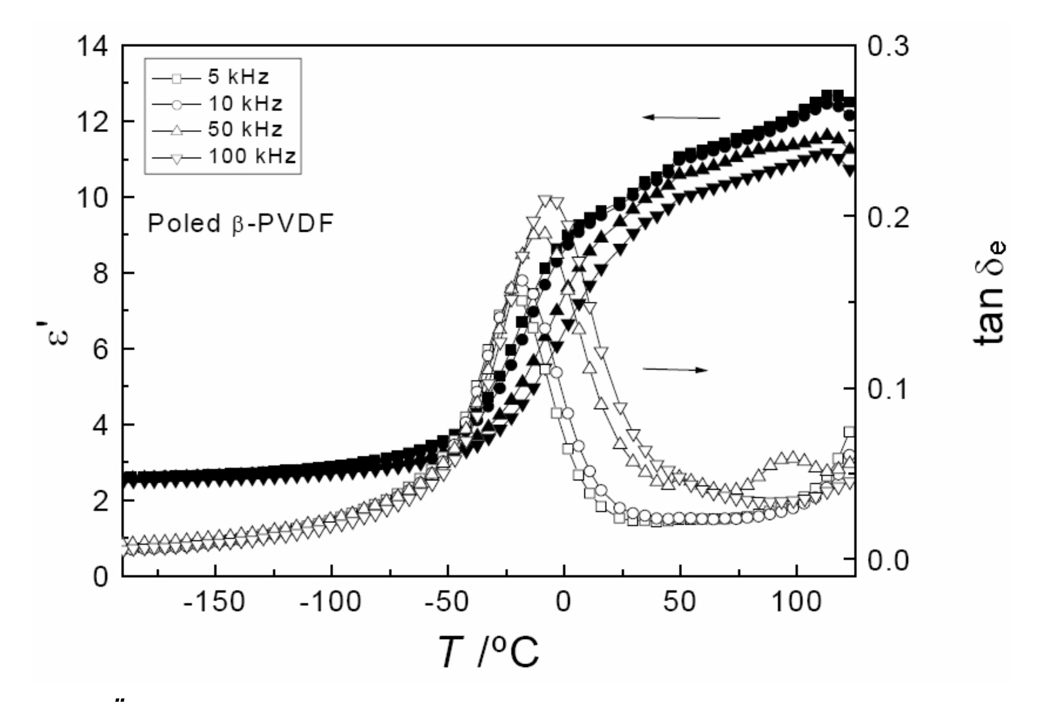


Abb. 4.10: Änderung der Dielektrizitätszahl von PVDF-Folie bei unterschiedlichen Temperaturen und Frequenzen des Messsignals [Senc05].

4.3.4 Temperatur- und Druckabhängigkeit des Elastizitätsmoduls

Da ein bedeutender Anteil der piezoelektrischen Eigenschaften durch die mechanische Deformation der Folie bestimmt wird, wird die elastische Nachgiebigkeit *s* (die Nachgiebigkeit *s* ist der Kehrwert des Elastizitätsmoduls *E*: $s = \frac{1}{E}$) in Abhängigkeit der statischen Vorspannung untersucht (Abb. 4.11) [Schu91]. Es zeigt sich, dass in 1- und in 2-Richtung die Nachgiebigkeit mit zunehmender Vorspannung abnimmt. Bei Raumtemperatur ist der Effekt relativ gering (bei 30MPa Vorspannung hat die Nachgiebigkeit um 5% abgenommen). Bei höheren Temperaturen wird die Einfluss deutlich größer (bei *T* = 370 K beträgt die Abnahme bei der gleichen Vorspannung bereits 30%).

Sencadas et. al. hat den Speichermodul *E′* und den Verlustfaktor *tan(δ)* von 28 µm dicker PVDF-Folie von Measurement Specialities Inc. bei einer Frequenz von 1 Hz und einer Aufheizgeschwindigkeit von 2 °C/min im Temperaturbereich von -50 °C bis 121 °C gemessen [Senc03]. Der Elastizitätsmodul kann aus dem Speichermodul und dem Verlustfaktor mit folgender Gleichung berechnet werden:

$$E' = \frac{\sigma_{m0}\ cos\,\delta}{\varepsilon_{m0}},\ E'' = \frac{\sigma_{m0}\ sin\,\delta}{\varepsilon_{m0}} = E'\ tan\,\delta,\ E = \sqrt{(E')^2 + (E'')^2} = E'\sqrt{1 + (tan\,\delta)^2} \qquad (4.8)$$

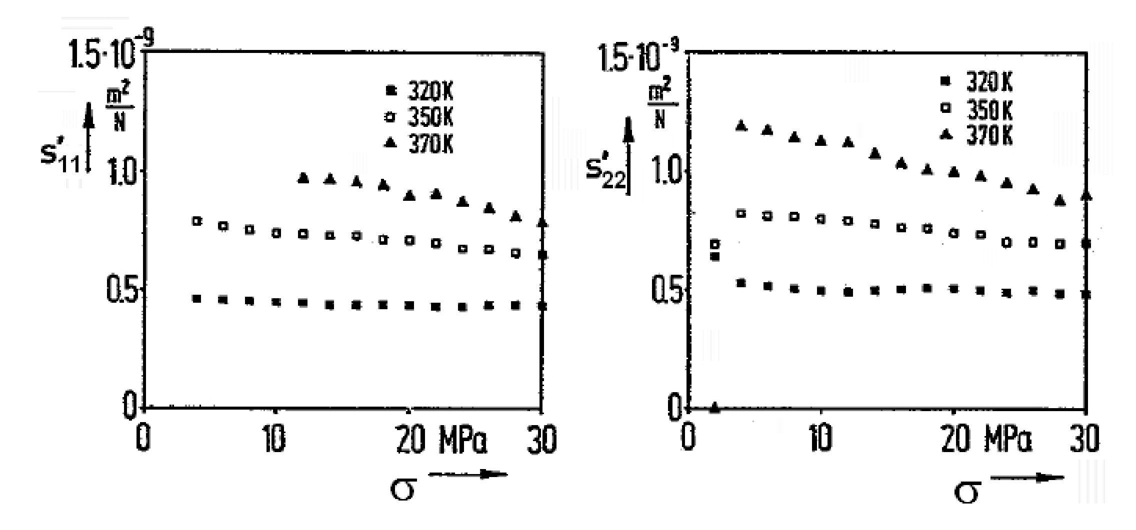


Abb. 4.11: Vorspannungsabhängigkeit der elastischen Konstanten s_{11} und s_{22} bei verschiedenen Temperaturen (nach [Schu91]).

Es wurden die mechanischen Eigenschaften von polarisierten und nicht polarisierten PVDF-Folien in zwei Richtungen gemessen: parallel zur Extrusionsrichtung der PVDF-Folie (1-Richtung) und senkrecht dazu (2-Richtung). Die Abhängigkeit des Speichermoduls *E′* und Verlustfaktors *tan(δ)* von der Temperatur für PVDF-Folien ist in den Abbildungen 4.12 dargestellt [Senc03]. Wie sich zeigt, ist *E′* in Längsrichtung großer als in die Querrichtung. Das liegt daran, dass die Ausrichtung von Molekularketten in Längsrichtung größer ist als in Querrichtung.

Die Temperaturabhängigkeit des Elastizitätsmoduls hat einen Einfluss auf die Temperaturabhängigkeit der Ausgangsspannung und den Berstdruck des Druckwächters und muss daher berücksichtigt werden.

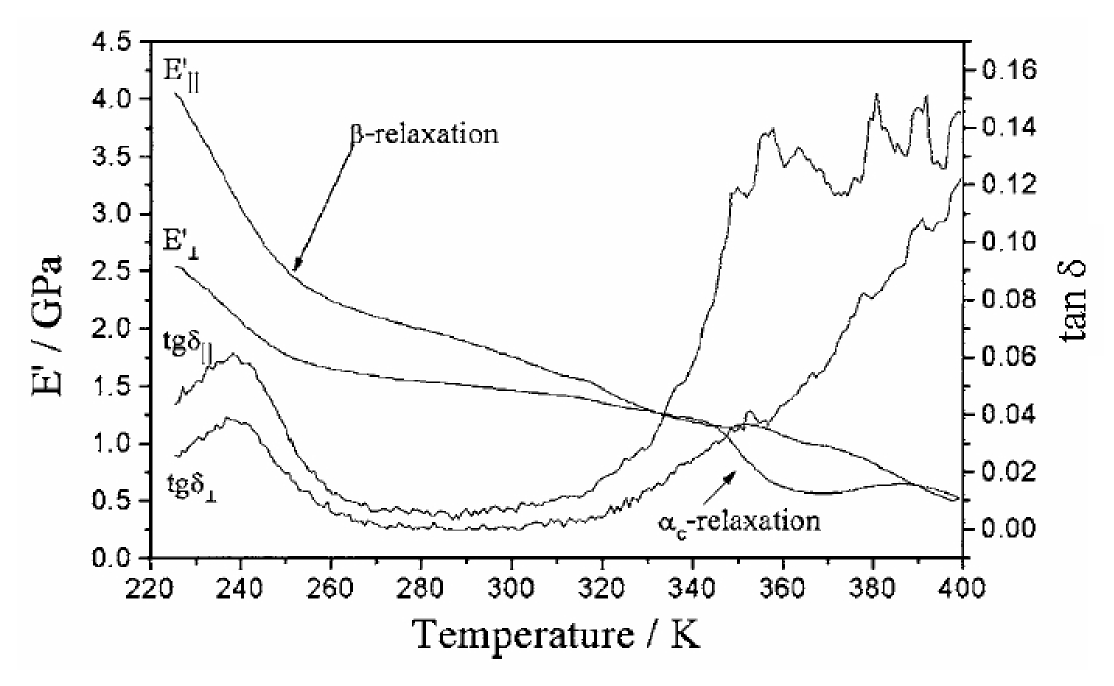


Abb. 4.12: Speichermodule und Verlustfaktoren von polarisierten 28 µm dicken PVDF-Folien von MSI in zwei Richtungen im Temperaturbereich zwischen -50 °C und 121 °C [Senc03].

4.4 Diffusion von Medien durch PVDF-Folien

Die Diffusion von Gasen und Flüssigkeiten durch Polymermembranen wurde bereits untersucht. Entsprechend dem kombinierten Fick'schen/ Henry'schen Ansatz und unter der Annahme des Beharrungszustands und der Konzentrationsunabhängigkeit des Diffusions- und Solubilitätskoeffizienten, lässt sich der Volumenstrom für Gase durch eine Polymermembran mit folgender Gleichung berechnen [Comy85, Rumm99, Stan78, Sulo02]:

$$Q_p = \frac{S_K \; D_F \; A \; \Delta P_p}{t} = \frac{\alpha_V \; A \; \Delta P_p}{t} \; [\mathrm{m^3/s}] \qquad (4.9)$$

Die Gaspermeabilität von Membranen ist oft in der Einheit Barrer dargestellt [Sulo02]:

$$1\,Barrer = 10^{-10} \frac{cm^3\,(STP)\,cm}{cm^2\;sec\;cmHg} = 7{,}5 \cdot 10^{-18} \frac{m^3(STP)\,m}{m^2\;s\;Pa} = 7{,}5 \cdot 10^{-18} \frac{m^2}{s\;Pa}$$

Hier bedeutet STP Standarte Temperatur und Druck (engl. Standard Temperature and Pressure): $T_N = 273{,}15$ K, $P_N = 1{,}01325 \cdot 10^5$ Pa.

Tabelle 4.1: Permeabilitätskonstanten α_V [$10^{-17} \frac{m^3(STP) \cdot m}{m^2 \cdot s \cdot Pa}$] für verschiedene Gase durch unorientierte PVDF Filme [Barrer] [@good].

Kohlenstoffdioxid bei 25°C	0,2
Sauerstoff bei 25°C	0,03
Stickstoff bei 25°C	0,03

Wasserstoff bei 0℃	0,25
Wasserstoff bei 25℃	0,25 (für einachsig gereckte PVDF-Folie)

Wenn statt dem Volumenstrom der Massenstrom berechnet werden soll, kann die folgende Gleichung benutzt werden:

$$\dot{m}_p = \frac{\alpha_m \; A \; \Delta P_p}{t} \text{ [kg/s]} \tag{4.10}$$

Der Permeabilitätskoeffizient α_m für Wasserdampf durch PVDF-Filme wird von Westlake Plastics Company [West01] angegeben zu

$$\alpha_m = 2{,}6 \cdot \frac{g - mil}{100\,in^2 \cdot 25\,hrs - atm} = 1{,}16926 \cdot 10^{-16} \cdot \frac{kg \cdot m}{m^2 \cdot Pa \cdot s}.$$

Zur Berechnung des Massenstroms für Wasserdampf durch eine 25 µm dicke PVDF-Folie bei einer Druckdifferenz von 0,1 MPa und einer Fläche von 10 mm^2 ergibt sich durch Einsetzen in Gleichung (4.10):

$$\dot{m}_p = \frac{\alpha_m \; A \; \Delta P_p}{t} = \frac{1{,}16926 \cdot 10^{-16} \cdot 10 \cdot 10^{-6} \cdot 10^5}{25 \cdot 10^{-6}} = 4{,}67704 \cdot 10^{-12} \, \frac{kg}{s} \approx 0{,}017 \, \frac{mg}{h}$$

Die Berechnung des Volumenstroms für Sauerstoff bei 25 ℃ durch dieselbe Folie ergibt:

$$Q_p = \frac{\alpha_V \; A \; \Delta P_p}{t} = \frac{0{,}03 \cdot 10^{-17} \cdot 10 \cdot 10^{-6} \cdot 10^5}{25 \cdot 10^{-6}} = 0{,}012 \cdot 10^{-12} \, \frac{m^3}{s} \approx 0{,}043 \, \frac{\mu l}{h}$$

Bei der Berechnung von Massenstrom $\dot{m}_P$ und Volumenstrom Q_P für Wasserdampf und Sauerstoff wurde der Einfluss der metallischen Beschichtung aus Gold und Platin oder einem anderen Metall nicht betrachtet. Die metallische Beschichtung verringert aber die Diffusion von Gasen und Flüssigkeiten durch die PVDF-Folie mit der Folge, dass sich die Leckage zusätzlich verringert. Deswegen ist die reale Massenstrom und Volumenstrom für die PVDF-Folie noch kleiner als oben berechnet.

Handelübliche, industrielle Ventile haben im Durchschnitt eine minimale Leckagerate von weniger als 0,01 % des Durchflussstroms im komplett offenen Zustand. Die meisten industriellen Ventile haben einen Durchflussstrom im offenen Zustand von ca. 0,01 m^3/h bis ca. 1000 m^3/h. Das bedeutet, dass die minimale Leckage, industrieller Ventile ca. 1 ml/h beträgt. Somit ist die Leckage durch den hier betrachteten Druckwächter aus einer PVDF-Folie viel kleiner, als die Leckage handelsüblicher Ventile und kann deswegen vernachlässigt werden.

4.5 Kriechen und Alterung von PVDF-Folien

4.5.1 Kriechen von PVDF-Folien

Die Alterung, das langfristige Verhalten der piezoelektrischen PVDF-Folien unter einem konstanten oder zyklischen Druck, die Änderung des piezoelektrischen Moduls sowie die mechanischen Eigenschaften der piezoelektrischen PVDF-Folien nach einigen Monaten und Jahren im Betriebeinsatzes, sind noch nicht untersucht worden.

Die Alterung von PVDF-Folien unter statischem und dynamischem Druck setzt sich aus folgenden Anteilen zusammen:

1) Veränderung von piezoelektrischen Konstanten;
2) Kriechen und Ausdehnung von PVDF- Folien;
3) Verringerung der Dicke von PVDF- Folien
4) Verringerung des Elastizitätsmoduls;
5) Verringerung der Streckfestigkeit;
6) Veränderung der Dielektrizitätskonstante;
7) Andere Änderungen in mechanischen und ferroelektrischen Eigenschaften von PVDF-Folien.

Die Ausdehnung und die Änderung der Kriechnachgiebigkeit von PVDF-Folien wurden schon untersucht. Hier werden die entsprechenden Forschungsergebnisse dargestellt.

In [Mano03] wurde die Änderung der elastischen Nachgiebigkeit bei 30 °C und σ = 10 MPa (diese mechanische Spannung kann mit einer Druckdifferenz von ca. 50 kPa in einer 28 µm dicken kreisförmigen PVDF-Folie mit 4 mm Durchmesser erzeugt werden) für eine PVDF-Folie untersucht (siehe Abbildung 4.13).

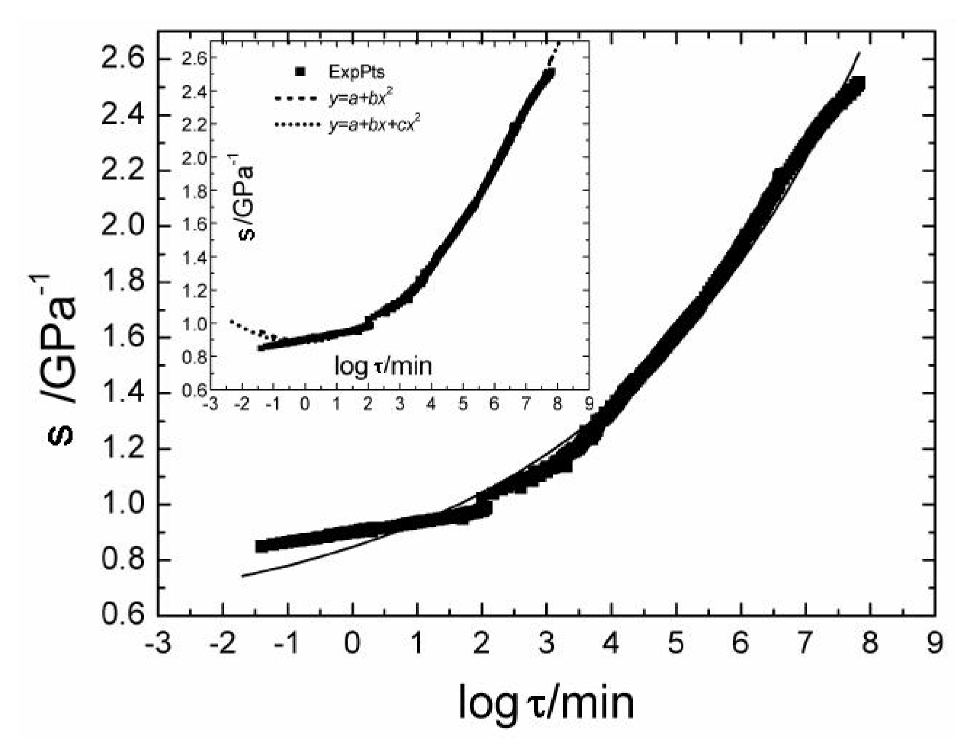


Abb. 4.13: Änderung der Nachgiebigkeit s(τ) während des Kriechens von PVDF-Fasen bei 30 °C und einer mechanischen Spannung von 10 MPa [Mano03].

Aus Abb. 4.13 folgt, dass sich nach 190 Jahren ≈ 10^8 min bei einer konstanten Zugspannung von 10 MPa die Nachgiebigkeit des PVDF von ca. $0{,}85 \cdot 10^{-9}$ Pa^{-1} auf ca. $2{,}55 \cdot 10^{-9}$ Pa^{-1} erhöht. Es ist zu beachten, dass das Kriechen von PVDF mit der Temperatur rasant ansteigt und sich bei niedrigeren Temperaturen entsprechend verkleinert. Aus Abb. 4.14 folgt, dass die Änderung der Nachgiebigkeit *s(τ)* nach 2 Stunden

bei 90 °C genauso groß ist wie die Änderung der Nachgiebigkeit nach 2 Monaten bei 30 °C.

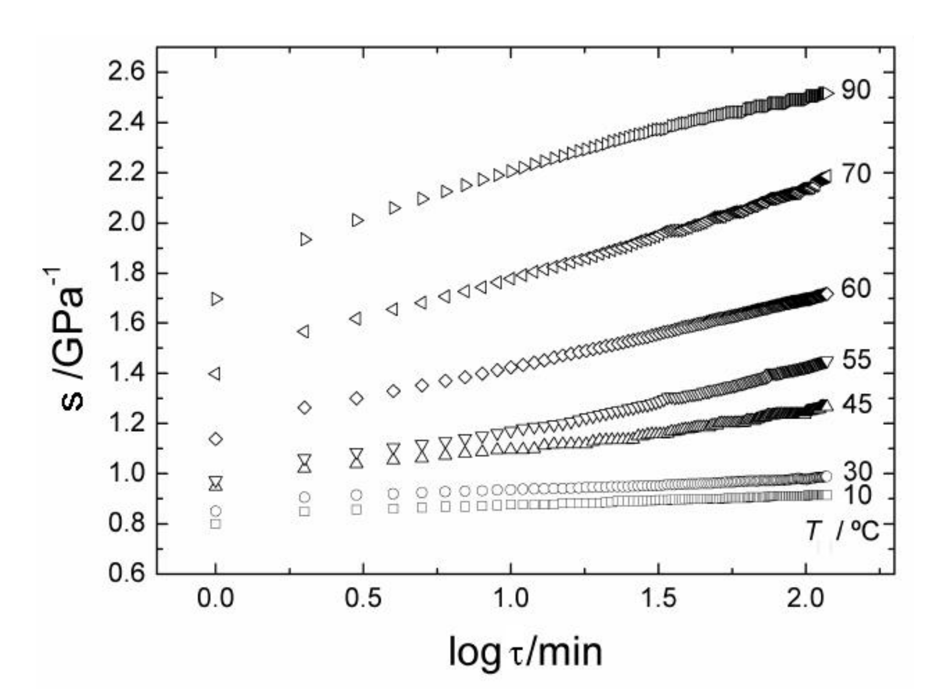


Abb. 4.14: Änderung von Nachgiebigkeit s(τ) während des Kriechens von PVDF-Fasern bei verschiedenen Temperaturen und einer mechanischen Spannung von 10 MPa [Mano03}.

Die Kriechrate hängt stark von der Polymertemperatur, den Mittelwertspannungen, der zyklischen Amplitude, der Frequenz und der Wellenform der zyklischen mechanischen Spannung ab [Vino01, Vino03]. Es gibt zwei Hauptgründe für die Alterung durch eine zyklische Belastung: die Schadensentwicklung und die interne Erwärmung. Der Charakter des Schadensentwicklungsprozesses bei zyklischen Spannungen ist anders, als bei quasistatischen Spannungen.

Das quasistatische Kriechen ist durch kontinuierliche, gleichmäßige, mikrostrukturelle Veränderung des Materials charakterisiert. Zu Beginn des Kriechens tendieren die lokalen Schäden zur progressiven Entwicklung (Risse). Während sich dagegen beim zyklischen Kriechen die Risse viel früher ausbilden, nämlich fast am Anfang der Deformation [Vino01]. In Polymeren treten bei einer zyklischen Belastung sehr schnell Risse auf. Diese Risse wachsen mit der Zeit in ihrer Anzahl und Größe, sie wachsen zusammen und breiten sich durch das Polymer aus. Das Verhalten des Polymers unter einer überlagerten statischen und zyklischen Belastung beinhaltet nichtlineare Effekte, die von der Wechselwirkung zwischen Kriechen und Schadensentwicklung abhängen.

In Abb. 4.15 ist die normalisierte Vibro-Kriech-Reaktion von PVDF bei unterschiedlichen statischen und zyklischen Komponenten der mechanischen Spannungen und bei unterschiedlichen Frequenzen und Temperaturen dargestellt. Die Spannung für Kurve 1 in Abb. 4.15, ändert sich entsprechend folgender Gleichung:

$$\sigma(\tau) = 0{,}45\,\sigma_Y + 0{,}20\,\sigma_Y\ sin(\omega\,\tau) \qquad (4.11)$$

Hier ist σ_Y die Streckfestigkeit.

Die Untersuchungen zeigen, dass die Steigerung des Mittelwerts der Spannung, die Kriechensrate erheblich beschleunigt. Die Kriechensrate beschleunigt sich, wenn

sich die Vibrationsamplitude vergrößert. Experimente haben gezeigt, dass sich die zyklische Kriechrate bei kleinen Temperaturen verringert. Als Beispiel zeigt Abbildung 4.15 eine sehr geringe zyklische Kriechensrate bei -25 °C [Vino01].

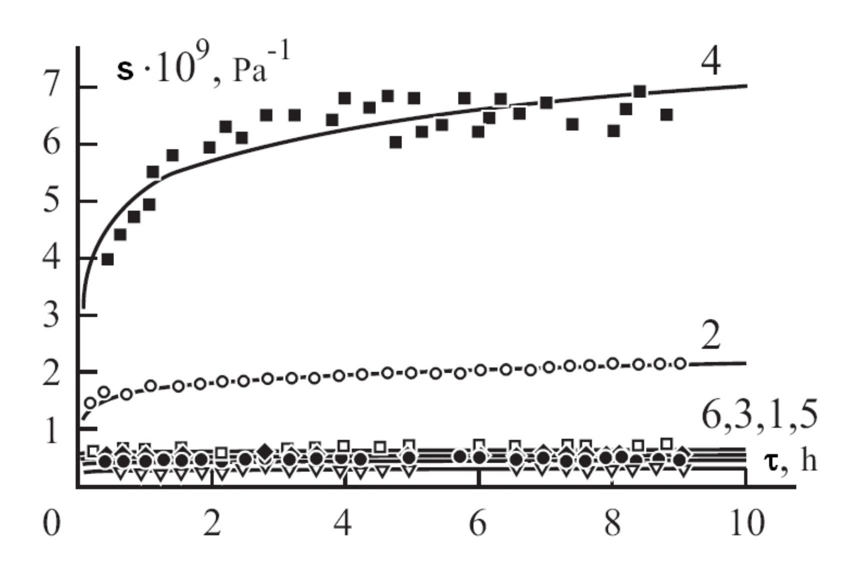


Abb. 4.15: Normalisierte Vibrokriech Reaktion von PVDF bei unterschiedlichen Amplituden der mechanischen Spannungen und unterschiedlichen Temperaturen. Zyklisch: (0,45±0,20)σ_y, bei 10 Hz und -25 °C (1), (0,45±0,20)σ_y, bei 10 Hz und 23 °C (2), (0,45±0,40)σ_y, bei 10 Hz und -25 °C (3), (0,45±0,40)σ_y, bei 10 Hz und 23 °C (4). Statisch: 0,45σ_y bei -25 °C (5), 0,45σ_y bei 23 °C (6) [Vino01].

In [Vino03] wurde die Schadungsentwicklung in PVDF für die folgenden drei Belastungsgeschichten gemessen:

1. $\sigma(\tau) = 0{,}22\,\sigma_Y + (0{,}10\,\sigma_Y)\,sin(\omega\,\tau),\quad N = 9 \cdot 10^5\quad Zyklen$
2. $\sigma(\tau) = 0{,}30\,\sigma_Y + (0{,}10\,\sigma_Y)\,sin(\omega\,\tau),\quad N = 9 \cdot 10^5\quad Zyklen$
3. $\sigma(\tau) = 0{,}30\,\sigma_Y + (0{,}10\,\sigma_Y)\,sin(\omega\,\tau),\quad N = 4 \cdot 10^5\quad Zyklen,\ gefolgt\ mit\ \sigma = 0{,}30\,\sigma_Y = const$

mit σ_Y = 45 MPa, und ω = 20 Hz.

Es wurde festgestellt, dass der Prozess der zyklischen Schadensentwicklung in PVDF sofort nach dem Anbringen der Last anfängt. Das Ausmaß der Schädigung hängt dabei direkt von der Größe der Mittelwertspannung ab, sodass die Schadensentwicklungsrate stark zunimmt, wenn die Größe der Mittelwertspannung steigt. Es wurde keine weitere Schadensentwicklung im Polymer festgestellt, nachdem die zyklische Belastung beendet wurde und nur die statische Last stehen blieb [Vino03]. Die Schadensentwicklung und die Rissbildung in PVDF-Folien können zur Verringerung der Streckfestigkeit von PVDF-Folien führen.

Während des Kriechens von PVDF- und Copolymer-Folien in 1- und 2-Richtung steigt die Fläche und sinkt die Dicke dieser Folien. Das führt zur Erhöhung der Kapazität der Folien (siehe Gleichung 4.3). Die Erhöhung der Kapazität führt zur Verringerung der Ausgangsspannung. Daraus folgt, dass Kriechen und Alterung von PVDF-Folien zur Verminderung des Ausgangssignals führen. Im Weiteren sollen die speziellen Maßnahmen erarbeitet werden, welche den Einfluss des Kriechens auf die Messgenauigkeit minimieren.

4.5.2 Einfluss von mechanischer Belastung und Verformung

Lanceros-Mendez et. al. haben die mechanischen Eigenschaften und die Änderung der internen Struktur von einachsig gereckten 28 µm dicken PVDF Folien der Firma MSI USA, Inc. nach ihrer mechanischen Belastung und die plastische Verformung untersucht [Lanc01, Lanc02]. Die von Lanceros-Mendez et. al. gemessene Spannungs-Dehnungs-Kurve einer 28 µm dicken PVDF-Folie ist in Abbildung 4.16 dargestellt [Lanc01]. Es wurde festgestellt, dass die PVDF-Folien in Längsrichtung (1-Richtung) brüchig sind und eine größere Bruchspannung und kleinere Bruchdehnung als in Quererichtung (2-Richtung) haben. Einachsig gereckte PVDF-Folien können in Quererichtung viel stärker deformiert werden, als in Längsrichtung. Es wurde auch festgestellt, dass die plastische Verformung von PVDF-Folien in Querrichtung zur Verringerung der Kristallinität und zur Umorientierung von Kristallketten in Richtung der Ausdehnung führt [Barb03, Lanc01, Lanc02]. Diese plastische Verformung von PVDF-Folien tritt während der Alterung und des Kriechens von PVDF-Folien auf. Die Verringerung der Kristallinität und die Umorientierung von Kristallketten in PVDF, welche während des Kriechens auftritt, führen zur Änderung der piezoelektrischen Module.

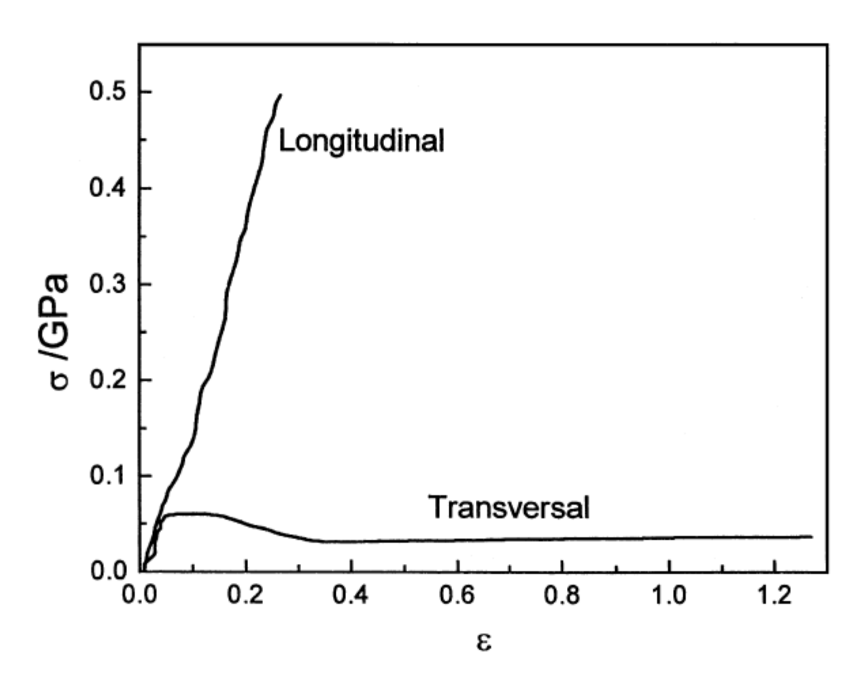


Abb. 4.16: Spannungs-Dehnungs-Kurve von PVDF- Folie in Längsrichtung (1-Richtung) und Querrichtung (2-Richtung) [Lanc01].

Sencadas et. al. haben die mechanischen Eigenschaften und die Änderung der piezoelektrischen Eigenschaften von 100 µm dicken P(VDF-TrFE) (75/25) Folien der Firma PIEZOTECH S.A., Saint-Louis, France nach einer mechanischen Belastung untersucht [Senc04b, Senc04c]. Sencadas et. al. haben festgestellt, dass die ferroelektrischen Eigenschaften von P(VDF-TrFE)-Folien sich nach der Dehnung in Längsrichtung nicht ändern. Es wurde auch festgestellt, dass die ferroelektrischen Eigenschaften von P(VDF-TrFE) nach der Dehnung in Querrichtung zerstört werden [Senc04b]. Wenn die P(VDF-TrFE)-Folie in beide Richtungen kriecht, nehmen die ferroelektrischen und die piezoelektrischen Eigenschaften dieser Folie ab.

Aus diesen Untersuchungen folgt, dass die piezoelektrischen Konstanten einer PVDF-Folie durch Kriechen abnehmen. Das bedeutet, dass das Ausgangssignal einer PVDF-Folie mit dem Kriechen und der Alterung sinkt.

5 Messaufbauten für den Test von Druckwächtern

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurden für den Test von Drucksensoren drei Geräte aufgebaut:

1) Prüfstand zum Testen von Drucksensoren;
2) Dauerteststand für dynamische Druckbelastungen;
3) Dauerteststand für statische Druckbelastungen.

Der Prüfstand dient zur Messung unterschiedlicher Eigenschaften der Drucksensoren, z.B. Kennlinie, Messgenauigkeit, Temperatur- und Feuchteabhängigkeit, Ansprechzeit, Alterungsverhalten, usw.

Der Dauerteststand für dynamische Druckbelastungen dient zum Dauertest unter einer wechselnden Druckbelastung. Der Druck am Ausgang des Dauerteststands ändert sich mehrmals pro Sekunde zwischen einem konstant eingestellten Druck P_1 und Atmosphärendruck P_0. Drucksensoren können mit dem Dauerteststand mehrere Millionen Mal mit dem Druck P_1 belastet werden.

Mit dem Dauerteststand für statische Druckbelastungen kann man einen konstanten Druck im Bereich von 0 bis 700 kPa einstellen und mit diesem Druck die angeschlossenen Drucksensoren belasten. Die Drucksensoren können dabei monatelang mit dem konstanten Druck belastet werden.

Im Folgenden wird der Aufbau des entwickelten Prüfstands und der Dauerteststände dargestellt. Aufbau, Funktionsprinzip und technische Eigenschaften von Prüfstand und Dauertestständen werden beschrieben.

5.1 Prüfstand zum Testen des PVDF-Druckwächters

5.1.1 Pneumatisches und hydraulisches Schaltbild

Der Prüfstand zum Testen von Drucksensoren ist in Abbildung 5.1 dargestellt. Aufbau und Entwurf des Prüfstands sind bereits im Rahmen zweier Studienarbeiten dokumentiert [Howe05, Yang05]. Die pneumatische Verschaltung des Prüfstands in seiner gegenwärtigen Ausbaustufe, welche geringfügig von der in der Studienarbeit dokumentierten Ausführung abweicht, wird hier kurz vorgestellt (Abbildung 5.2).

Am Magnetventil V1 befindet sich der Druckluftanschluss des Versuchsstands. Das Ventil dient als Ein- bzw. Ausschaltventil zu Experimentbeginn und -ende. Das Ventil V1 ist an die Wartungsgerätegruppe V2 angeschlossen. Die Wartungsgerätegruppe besteht aus einem manuell betätigbaren Einschaltventil, einem 40 µm Luftfilter, einem manuell betätigbaren Druckminderungsventil, einem Manometer, einem Abzweigmodul und einem 0,01 µm Luftfilter. Die Wartungsgerätegruppe ist an das Druckregelventil DRV [Fest03] angeschlossen. Das Druckregelventil stellt im Druckspeicher DS einen vorgebenden Druck zwischen 0 kPa und 700 kPa zur Verfügung. Es handelt sich um ein Druckregelventil, das gegen die Umgebung entlüftet wird.

Die Druckaufbereitung (V1, V2, DRV, DS) beaufschlagt die Sensoren S1, S2, S3 und den zu untersuchenden PVDF-Drucksensor über die Schnellschaltventile V4, V5 und Ventil V6 innerhalb eines definierten Zeitraums mit Druck. V4, V5 und V6 werden gegen die Umgebung entlüftet.

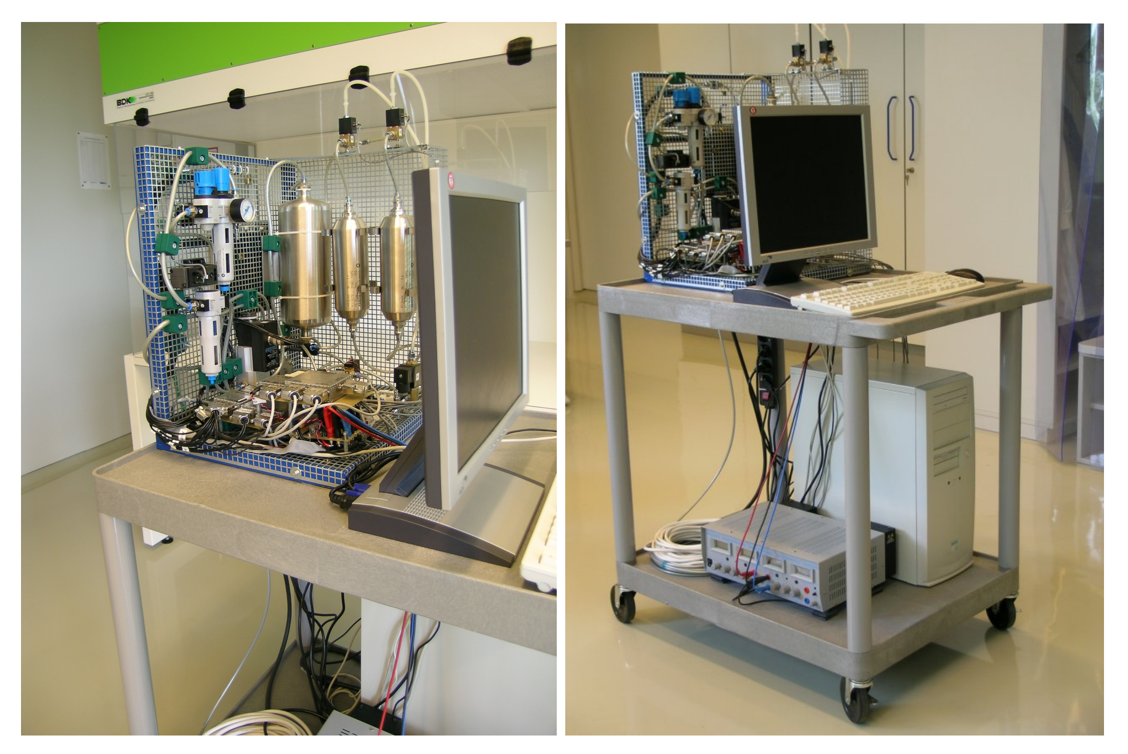


Abb. 5.1: Prüfstand zum Testen von Drucksensoren.

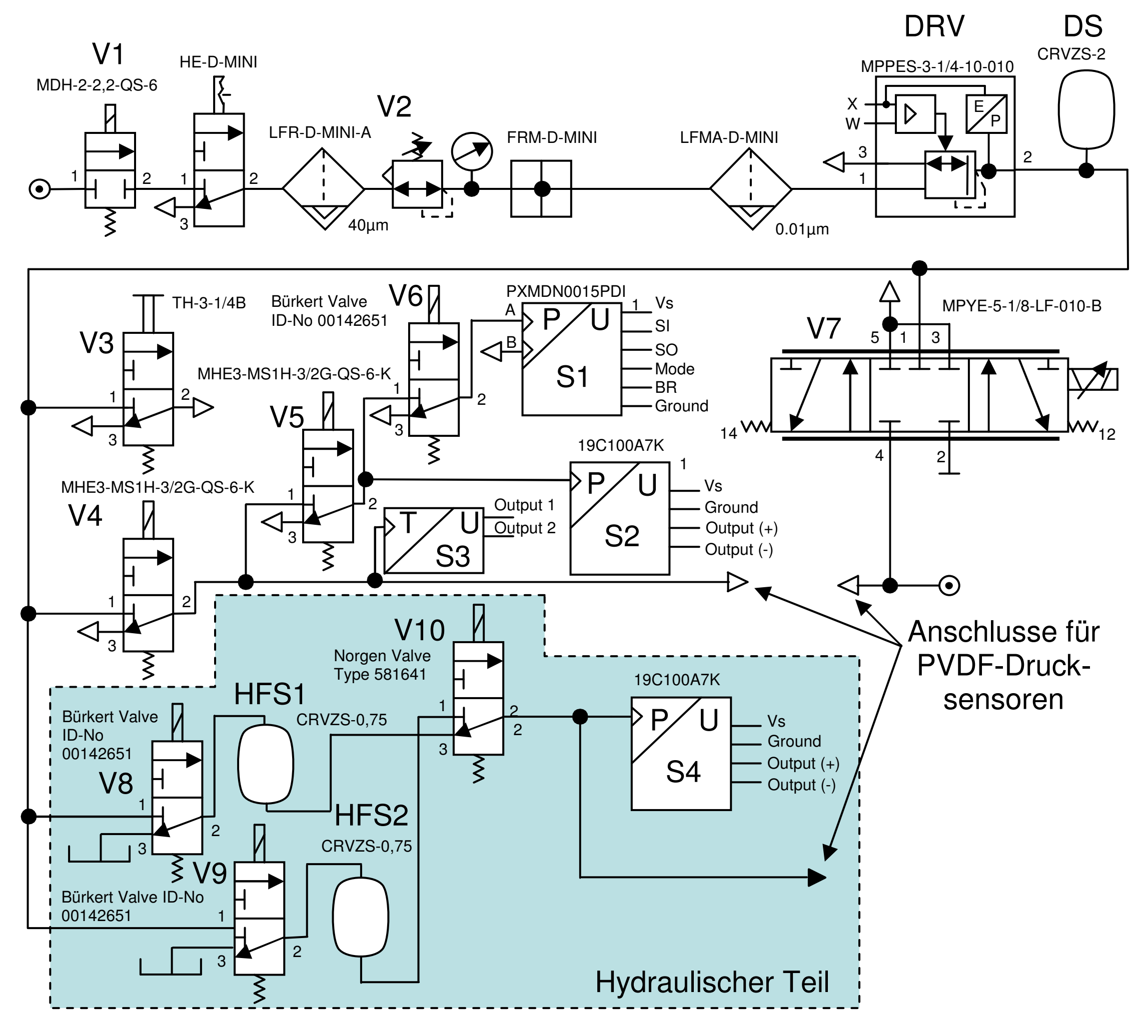


Abb. 5.2: Pneumatisches und hydraulisches Schaltbild des Prüfstands.

Das Proportionalventil V7 wird für die hier beschriebenen Versuche nicht eingesetzt. Das handbetätigte Schaltventil V3 ist nur für die Druckentlastung im Falle einer Fehlfunktion des Prüfstandes vorgesehen.

Sensor S4, Ventile V8, V9, V10 und Hydraulikflüssigkeitsspeicher HFS1 und HFS2 gehören zum hydraulischen Teil des Prüfstands. Als Hydraulikflüssigkeit dienen destilliertes Wasser oder Hydrauliköl. Die Hydraulikflüssigkeitsspeicher HFS1 und HFS2 sind zur Hälfte mit einer Hydraulikflüssigkeit gefüllt. Durch die Betätigung der Ventile V8, V9, V10 werden der Sensor S4 und der PVDF-Drucksensor mit dem Druck belastet.

5.1.2 Sensorik

Mit dem Prüfstand wurden die Kennlinie und andere Parameter des PVDF-Sensors unter definierten Druck-, Umgebungs- und Einschaltbedingungen gemessen. Das Signal des PVDF-Sensors wird dabei über dem Signal des Sensors S2 (für pneumatische Schaltung) bzw. des Sensors S4 (für hydraulische Schaltung) (Referenzdrucksensoren) aufgetragen.

Die Referenzdrucksensoren S2 und S4 sind Absolutdrucksensoren vom Typ 19C100PA7K [Sens04a], mit einem zulässigen Absolutdruck von 689,5 kPa (100 psi) und einer Ansprechzeit von 0,1 ms (für eine Signaländerung von 10 % bis 90 % der maximale Signalamplitude). Die Charakteristik der Referenzdrucksensoren wird nur minimal von Hystereseeffekten, Nichtlinearitäten (0,25% FSO[1]), Nullpunkt- und Spannungsänderungen (maximal 1 % FSO) beeinflusst. Diese nicht-idealen Charakteristiken der Referenzdrucksensoren sind klein gegenüber den gemessenen Auswirkungen der Umwelteinflüsse auf den PVDF-Sensor (vgl. Kapitel 8). Das Ausgangssignal der Drucksensoren von maximal 153 mV ist abhängig von ihrer Versorgungsspannung, die bis zu 15 V betragen kann. Dies macht eine Kalibrierung der Sensoren notwendig. Das Kalibrierverfahren wird in Kapitel 5.1.5 beschrieben.

Die Kalibrierung der Referenzdrucksensoren S2 und S4 erfolgt über den Präzisionsdrucksensor S1 [Sens04b], welcher eine Gesamtpräzision von 0,5% FSO und eine hohe Unabhängigkeit gegenüber Druck- und Temperatureinflüssen aufweist. Die Gesamtpräzision beinhaltet kombinierte Einflüsse auf Nullpunkt-, Spannungsänderungen, Nichtlinearitäten und Hystereseverhalten infolge von Änderungen der Umgebungsbedingungen. Das Ausgangssignal variiert innerhalb eines Jahres um ebenfalls maximal um 0,5 % FSO (Langzeitstabilität). Mit einem digitalen Ausgangssignal von 12 bit Auflösung über dem Betriebsdruckbereich von 103 kPa (15 psi) Differentialdruck weist der Sensor eine hohe theoretische Auflösung von 25 Pa auf, ist mit einer langsamen Reaktionszeit von 8 ms aber nicht als Referenzdrucksensor geeignet.

Das Schnellschaltventil V4 vom Typ MHE3-MS1H-3/2G-QS-6-K [Fest06] liefert ein digitales Signal über seinen Schaltungszustand zurück, das in ein analoges Signal zwischen 0 V und 5 V gewandelt wird. Das Ventil ist geschlossen, wenn das analoge Signal 0 V beträgt, und das Ventil ist geöffnet, wenn das analoge Signal gleich 5 V ist. Das Schnellschaltventil mit Schnellschaltelektronik hat eine Ein- / Ausschaltzeit von 2,3 ms bzw. 3 ms.

Der Temperatursensor S3 (Temperatursensor PT100) misst die Lufttemperatur druckseitig unmittelbar vor der Sensormembran des PVDF Sensors. Er dient indirekt der Temperaturkontrolle der Membran. Bedingt durch eine Kompensationselektronik

[1] Full Scale Output. Signal bei maximalen Betriebsdruck

besitzt der PT100 Sensor eine lineare Kennlinie. Eine Signaländerung von 1 mV repräsentiert eine Temperaturänderung von 1 K.

5.1.3 Ansteuerung des Prüfstands

Das Mess- und Steuersystem des Prüfstands besteht aus folgenden Komponenten: Verstärker für den Temperatursensor S3, Verstärker für das Ausgangssignal des PVDF-Sensors, digitale elektronische Schaltung für die Kommunikation mit dem Drucksensor S1 über die RS-232 Schnittstelle, Messkarte NI PCI-6052E [NI06], Ventilverstärker, Computer und Steuerungssoftware. Der Aufbau des Mess- und Steuersystems des Prüfstands ist schematisch in Abbildung 5.3 dargestellt. Mit punktierten Linien sind digitale Signale und mit durchgezogenen Linien sind analoge Signale dargestellt. Die Messkarte NI PCI-6052E hat 16 analoge Eingänge, 2 analoge Ausgänge, 8 digitale Ein-, Ausgänge und 2 24Bit digitale Zähler/Timer Ein-, Ausgänge [NI06]. Die analogen Eingänge sind A/D Wandler mit 16 Bit Auflösung und einem Messbereich von ±0,05V bis ±10V und 333 KS/s (Kilo Samples per second) Abtastrate. Die analogen Ausgänge sind D/A Wandler mit 16 Bit Auflösung, ±10 V Ausgangsspannung und 333 KS/s Abtastrate. Digitale Ein- und Ausgänge und Zähler Ein- und Ausgänge haben TTL/CMOS Spannungsniveau.

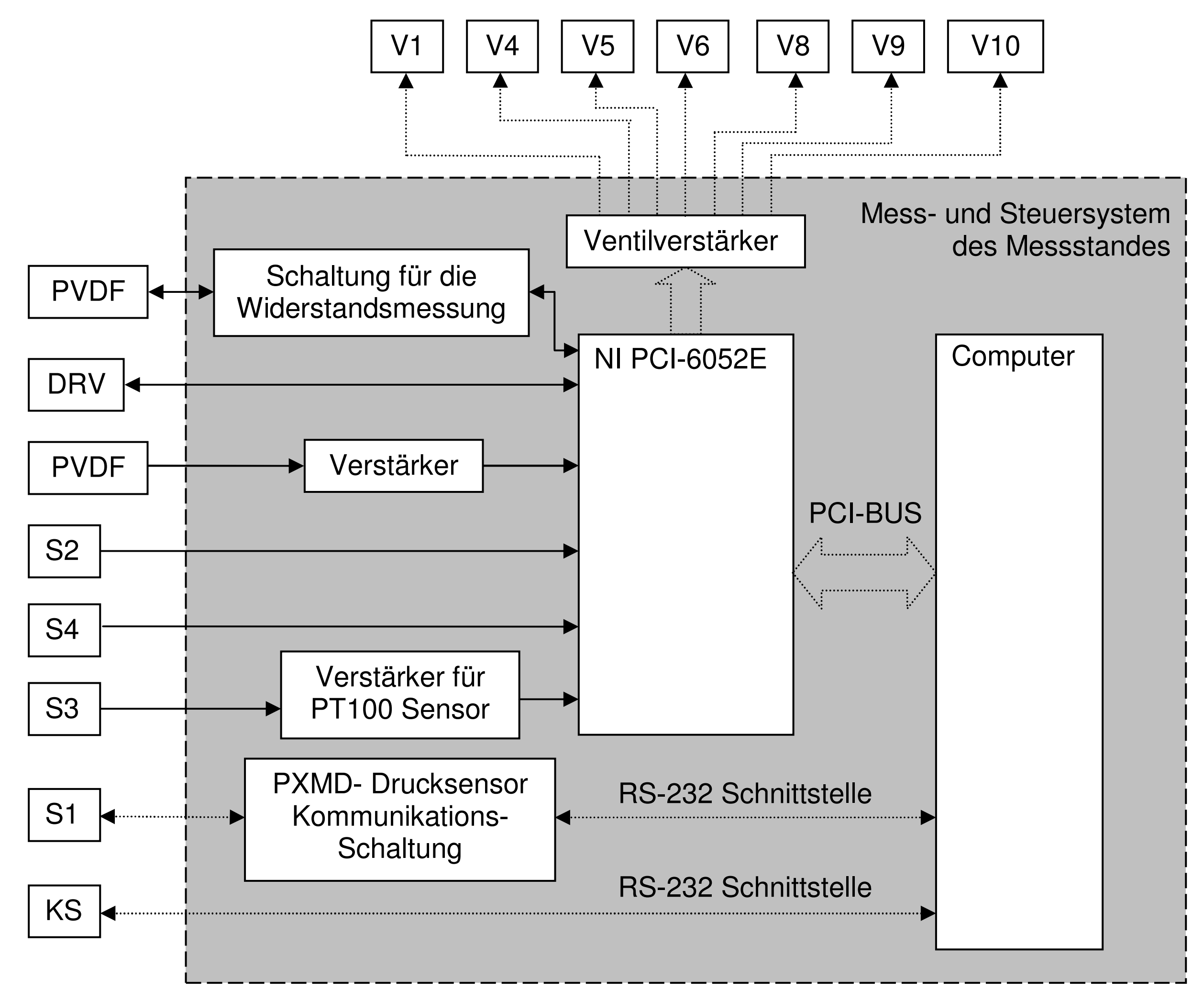


Abb. 5.3: Schematische Darstellung des Mess- und Steuersystem des Prüfstands.

Die Spannungen der Drucksensoren S2, S4, der Drucksensor des Druckregelventils DRV, der Temperatursensor S3 und die PVDF-Drucksensoren werden mit der NI

PCI-6052E Messkarte ausgelesen und im Computer verarbeitet. Das Signal des Drucksensors S1 wird über die RS-232 Schnittstelle an den Computer übermittelt.

Mit einem analogen Ausgang wird das Druckregelventil angesteuert. Ein weiterer analoger Ausgang wird als Spannungsquelle für die Widerstandsmessung benutzt (vgl. Kapitel 8.4.4). Die Schaltventile V4 und V5 werden mit den Zählerausgängen angesteuert. Die Ventile V1, V6, V8, V9 und V10 werden mit digitalen Ausgängen angesteuert.

Der Klimaschrank (KS) wird mit dem Computer über die RS-232 Schnittstelle angesteuert. Es ist auch möglich, unterschiedliche zeitliche Ansteuerungsabläufe über die Bedienerkonsole des Klimaschranks zu programmieren oder eine bestimmte Temperatur und Feuchtigkeit über die Bedienerkonsole des Klimaschranks einzustellen.

Die Steuersoftware des Prüfstandes ist in der Programmiersprache Labview 8.0 geschrieben. In Abbildung 5.4 ist das vereinfachte Blockschaltdiagram der Prüfstandssteuersoftware dargestellt.

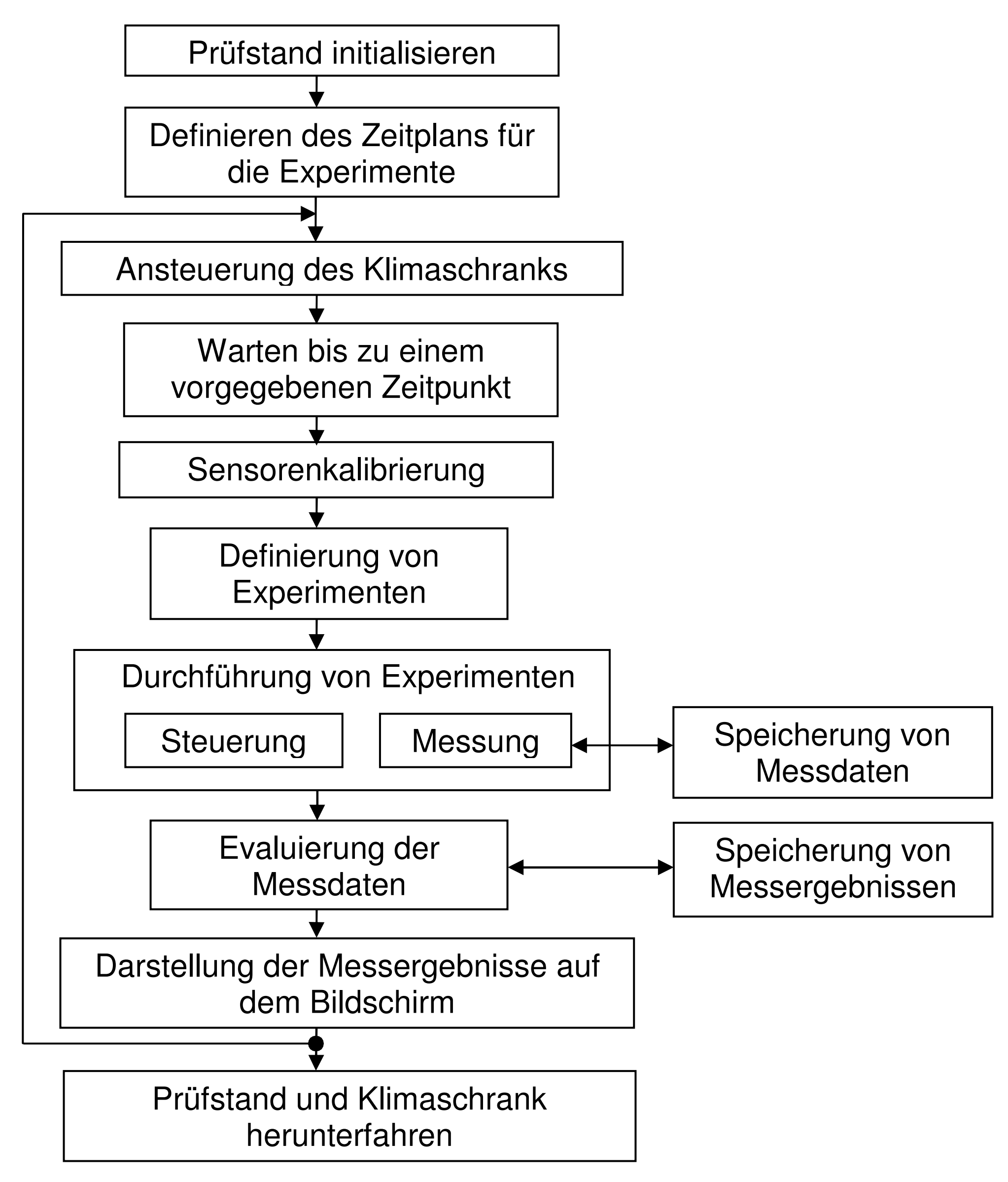


Abb. 5.4: Vereinfachte schematische Darstellung des Aufbaus der Prüfstandssteuersoftware.

Die Prüfstandssoftware funktioniert in folgender Weise: zunächst wird der Prüfstand initialisiert. Dabei werden alle Ventile in ihre Anfangsstellung gebracht, alle Variablen und Programmkomponenten werden initialisiert.

Danach wird ein Zeitplan für die Durchführung von Experimenten definiert. Im Zeitplan wird festgelegt, wann welches Experiment bei welcher Temperatur und Feuchtigkeit durchgeführt werden soll und wie oft es wiederholt werden soll. Danach wird der Klimaschrank angesteuert und eine bestimmte Temperatur und Feuchtigkeit werden in der Kammer des Klimaschranks eingestellt.

Nachdem Temperatur und Feuchtigkeit eingestellt sind, wartet das Programm bis zu einen bestimmten im Zeitplan definierten Zeitpunkt. Dann wird die Sensorkalibrierung durchgeführt. Dabei werden die Drucksensoren S2 und S4 kalibriert. Die Sensorkalibrierung ist in Kapitel 5.1.5 im Detail beschrieben. Nach der Kalibrierung wird der Messstand für die Durchführung des geplanten Experiments eingestellt. Dabei werden alle notwendigen Parameter für das geplante Experiment definiert.

Nach der Definition des Experimentes, wird es durchgeführt. Dabei werden die Schaltventile und das Druckregelventil gesteuert und die Sensoren abgefragt. Alle Messdaten werden auf der Festplatte gespeichert.

Der Prüfstand kann folgende Experimente durchführen: Messung der Kennlinie eines PVDF-Drucksensors, Messung der Wiederholgenauigkeit, Messung des elektrischen Widerstands eines PVDF-Drucksensors oder einer PVDF-Folie, Untersuchung des Kriechverhaltens des PVDF-Drucksensors, Anlegen einer statischen und einer dynamischen Druckbelastung an einen Drucksensor.

Nachdem das Experiment abgeschlossen ist, werden die Messdaten bearbeitet und die daraus resultierenden Messergebnisse werden im Computer gespeichert und auf dem Bildschirm dargestellt.

Nachdem das Experiment abgeschlossen ist, wird entweder entsprechend des Zeitplans ein neues Experiment gestartet oder der Prüfstand zusammen mit dem Klimaschrank heruntergefahren.

5.1.4 Betriebseinschränkungen der Einzelkomponenten

Die Einsetzbarkeit des Versuchsstands unter verschiedenen Umgebungsbedingungen ist begrenzt durch die Betriebsbedingungen, unter denen die Einzelkomponenten zuverlässig funktionieren. Der Engpass sind hierbei die Schnellschaltventile V4 und V5, deren zulässige Fluidtemperaturbereiche zwischen - 5 °C und + 40 °C liegen. Bedingt durch seine notwendige Einbaulage zwischen Druckspeicher und Sensorengruppe muss V4 mit einem gekühlten/ erwärmten Fluid als Arbeitsmedium betrieben werden, wenn im Druckspeicher Luft einer bestimmten Temperatur bereitgestellt werden soll.

Weitere Komponenten mit einem sehr eingeschränkten Temperaturbereich sind Elektronikbauteile, die fest auf dem Versuchsstand integriert sind. Diese könnten allerdings auch extern platziert werden. Die PVDF-Sensormembran darf die Depolarisationstemperatur von ca. 160 °C nicht überschreiten.

Das Druckregelventil DRV [Fest03] steuert den niedrigen Druckbereich zwischen 0 und 8 kPa nicht an.

5.1.5 Sensorkalibrierung

Die notwendige Kalibrierung der Referenzdrucksensoren S2 und S4 durch den Präzisionsdrucksensor S1 wird durch Überlagerung der linearen Kennlinien, des Signals des zu kalibrierenden Sensors (S^k) mit dem Signal des Präzisionsdrucksensors (S^p) erreicht. Zu diesem Zweck werden vor Messungsbeginn die Signale bei zwei verschiedenen Drücken ($P_1 = 0\ kPa,\ P_2 = 100\ kPa$) aufgenommen, wobei der Softwaretreiber des Präzisionsdrucksensors Druckwerte in der Einheit Pascal liefert.

Die Kalibrierung des Referenzdrucksensorsignals (S^{ref}) erfolgt während der Messwertaufnahme unter Speicherung der Kalibrierungskoeffizienten (*a*, *b*) nach Gleichung 5.1 durch eine lineare Abbildung des ursprünglichen Signals S^k:

$$S^{ref} = a + b \cdot S^k \tag{5.1}$$

Damit beide Kennlinien parallel verlaufen, errechnet sich der Koeffizient *b* aus dem Verhältnis der Kennlinien- Steigungen:

$$b = \frac{S^p(P_2) - S^p(P_1)}{S^k(P_2) - S^k(P_1)} \tag{5.2}$$

Die Übereinstimmung der Ordinatenabschnitte wird durch den Koeffizienten *a* erreicht:

$$a = S^p(P_1) - b \cdot S^k(P_1) \tag{5.3}$$

Das Signal (S^{ref}) des so kalibrierten Referenzdrucksensors S2 (S4) (Absolutdrucksensor) weist eine Kennlinie mit dem Nulldurchgang eines Differentialdrucksensors auf und liefert ein Signal in der Einheit Pascal zurück. Die Kalibrierungskoeffizienten (*a*, *b*) variieren für verschiedene Messungen um jeweils maximal 5%.

5.1.6 Betriebscharakteristik von Klimaschränken

Zwei verschiedene Klimaschränke kamen zum Einsatz - der SB1 /160/40 von Firma Weiss Umwelttechnik GmbH und der Klimaschrank VCL 4010 von Firma Vötsch Industrietechnik GmbH. Unten sind Betriebscharakteristiken dieser beiden Klimaschränke dargestellt.

<u>Betriebscharakteristik des Klimaschranks SB1 /160/40</u>

Der Temperaturbereich des Klimaschranks reicht von -40 °C bis +180 °C. Die Temperaturänderungsgeschwindigkeit beträgt 3,3 °C/min beim Aufheizen und 3,5 °C/min beim Abkühlen. Im Temperaturbereich zwischen 15 °C und 65 °C ist demnach eine Luftfeuchtigkeit von 30 % ansteuerbar. Unterhalb von 15° C ist bei niedriger Luftfeuchtigkeit (30 %) nur noch ein Wärme-/ Kältebetrieb des Klimaschranks möglich. Die Versuche zeigten, dass der Betriebsmodus 65 °C Temperatur bei 97 % Luftfeuchtigkeit nicht realisierbar ist, das erreichbare Luftfeuchtigkeitsmaximum bei 65 °C Verdunstungstemperatur liegt bei ca. 75 % [Weis94].

<u>Betriebscharakteristik des Klimaschranks VCL 4010</u>

Der Temperaturbereich des Klimaschranks VCL 4010 liegt zwischen -40 °C und +150 °C. Die Temperaturänderungsgeschwindigkeit beträgt 2,5 °C/min beim Aufheizen und 3,5 °C/min bei Abkühlen. Im Temperaturbereich zwischen 25 °C und 95 °C ist demnach eine Luftfeuchtigkeit von 30 % ansteuerbar. Unterhalb von 25° C ist bei niedriger Luftfeuchtigkeit (30 %) nur noch ein Wärme-/ Kältebetrieb des Klimaschranks möglich [Voet05].

Beide Klimaschränke verfügen nach außen über abdichtbare Öffnungen, durch die die Druckluftversorgung und die Kabel geführt werden können. Zeitliche Ansteuerungsabläufe lassen sich sowohl in den Klimaschränken als auch in der Prüfstandsteuerung programmieren und ermöglichen einen teil- oder vollautomatisierten Versuchsbetrieb.

5.1.7 Schaltung für den PVDF-Drucksensor

Das Ausgangssignal des PVDF-Drucksensors kann mit drei elektronischen Schaltungen verstärkt werden, die im Folgenden alle dargestellt werden.

Schaltung 1: Ladungsverstärker

Das Schaltbild des Ladungsverstärkers ist in Abbildung 5.5 dargestellt. Die Ausgangsspannung des Ladungsverstärkers ist proportional zur Ladung auf der PVDF-Folie. Die Ausgangsspannung kann mit folgender Gleichung berechnet werden:

$$U_a = \frac{Q}{C_0} \tag{5.4}$$

Hier ist Q die elektrische Ladung auf der PVDF-Folie. Die Ladung Q kann mit Gleichung 4.2 berechnet werden. C_0 beträgt 3,3 nF. Der Messbereich der PCI-6052E Karte ist auf ±10 V eingestellt.

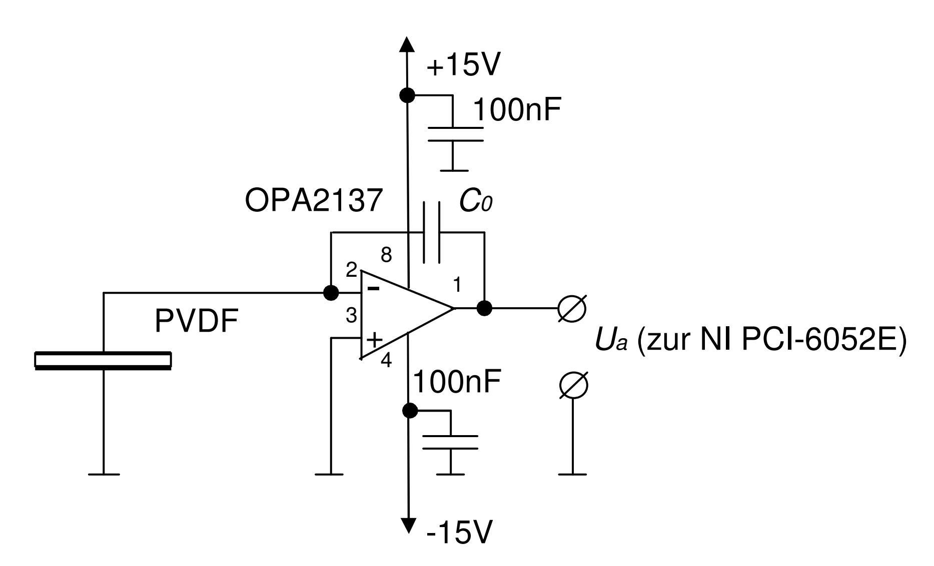


Abb. 5.5: Ladungsverstärker für den PVDF-Sensor.

Schaltung 2: Spannungsverstärker mit Widerstandsspannungsteiler

Das Schaltbild eines Spannungsverstärkers mit einem Widerstandsspannungsteiler ist in Abbildung 5.6 dargestellt. Der Spannungsverstärker hat den Verstärkungsfaktor 1, er wird nur für die Stromverstärkung benutzt. Das Ausgangssignal des Verstärkers kann mit folgender Gleichung berechnet werden:

$$U_a = \frac{Q}{C_{PVDF}} \frac{R_2}{R_1 + R_2} \tag{5.5}$$

Der Widerstand R_1 beträgt $9 \cdot 10^9$ Ω und Widerstand R_2 beträgt 10^9 Ω. Der Widerstand des Operationsverstärkers beträgt 10^{10} Ω, er ist viel größer als R_2 und wird deshalb vernachlässigt. Der Messbereich der PCI-6052E Karte ist auf ±10 V eingestellt.

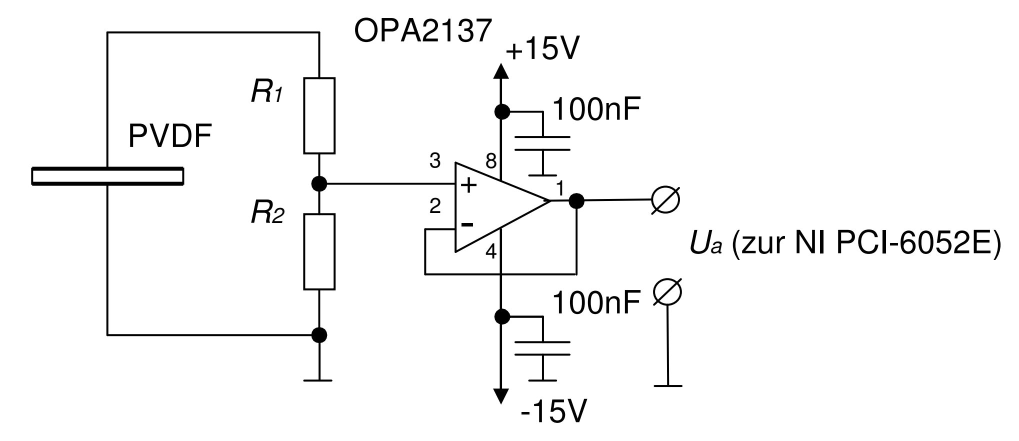


Abb. 5.6: Spannungsverstärker mit Widerstandsspannungsteiler für den PVDF-Sensor.

Schaltung 3: Spannungsverstärker mit Kapazitätsspannungsteiler

Das Schaltbild eines Spannungsverstärkers mit Kapazitätsspannungsteiler ist in Abbildung 5.7 dargestellt. Der Spannungsverstärker hat den Spannungsverstärkungsfaktor 1, er wird nur für die Stromverstärkung benutzt.

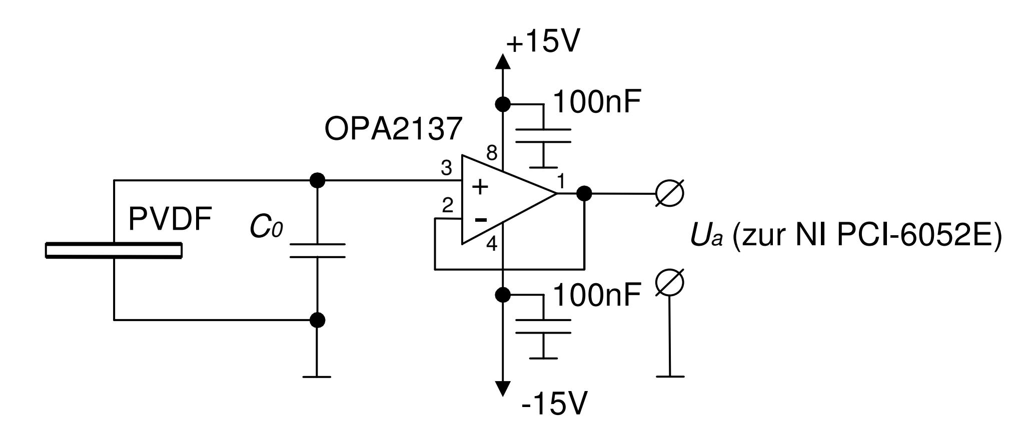


Abb. 5.7: Spannungsverstärker mit Kapazitätsspannungsteiler für den PVDF- Sensor.

Der PVDF-Sensor wird dabei als Kondensator mit der anfänglichen Ladung Q und Kapazität C_{PVDF} aufgefasst. Die Kapazität des Operationsverstärkers ist viel geringer als die Kapazität des PVDF-Sensors und die Kapazität C_0 und wird deshalb vernachlässigt. Das Ausgangssignal des Verstärkers kann mit Gleichung 7.2 berechnet werden:

$$U_a = \frac{Q}{C_0 + C_{PVDF}}$$

Die Kapazität beträgt für unterschiedliche Messungen von 0 bis 10 nF. Die detektierte Sensorspannung wird parallel zur Auswerteschaltung gegen die Erdung abgegriffen, wobei Verfälschungen des Signals durch Einzelwiderstände (Operationsverstärker, Messkarte, sonstige Ohm'sche Widerstände) durch den hohen Widerstand (10 GΩ) der Messschaltung vernachlässigbar klein sind. Der Messbereich der PCI-6052E Karte ist auf ±10 V eingestellt.

5.1.8 Messdatenauswertung von PVDF-Druckwächtern

Die Messdatenauswertungsalgorithmen unterscheiden sich für unterschiedliche Messungen, z.B. für die Messung der Kennlinie oder der Messgenauigkeit des PVDF-Sensors, usw. Die Algorithmen für die Messdatenauswertung werden in Kapitel 7 und 8 dargestellt.

5.2 Dauerteststand für dynamische Druckbelastungen

Im Rahmen dieser Arbeit wurden Langzeituntersuchungen von PVDF-Drucksensoren durchgeführt. Es wurden die Auswirkungen von dynamischen und statischen Druckbelastungen auf die Kennlinie und andere Eigenschaften der Sensoren untersucht.

Unter dynamischen Druckbelastungen wird hier eine Belastung des Drucksensors mit einem ständig wechselnden Druck verstanden z.B. von 0 bis 100 kPa. Der Druck kann sich dabei mehrere Millionen Mal von seinem Minimum bis zum seinen Maximum ändern. Dagegen ist eine statische Druckbelastung eine Belastung des Drucksensors mit einem konstanten Druck, z.B. 100 kPa über eine längere Zeit.

Die Langzeituntersuchungen können mit dem oben beschriebenen Prüfstand durchgeführt werden. Der Prüfstand kann am Anfang die Sensorkennlinie messen, danach für eine bestimmte Zeit eine dynamische oder statische Druckbelastung anlegen und am Ende noch einmal die Sensorkennlinie messen. Wenn der Drucksensor für eine sehr lange Zeit untersucht werden soll, z.B. 10 Millionen bis 100 Millionen Druckwechsel, oder eine mehrmonatige statische Belastung, ist die Verwendung des Prüfstands unwirtschaftlich. Der oben beschriebene Prüfstand ist ein komplexes und teures Gerät. Es kann nicht für sehr lange Zeit mit einem Dauertest besetzt werden, weil in dieser Zeit sonst keine anderen Experimente durchgeführt werden können. Es ist wirtschaftlicher einen kostengünstigen Dauerteststand zu entwickeln, welcher einen Drucksensor nur mit einer dynamischen oder statischen Druckbelastung beaufschlagen kann. Die Sensoreigenschaften vor und nach der Druckbelastung können mit dem Prüfstand gemessen werden.

Ein Dauerteststand für dynamische Druckbelastungen ist in Abbildung 5.8 dargestellt. Der Aufbau dieses Dauerteststandes ist in Form eines Blockschaltdiagramms in Abbildung 5.9 dargestellt.

Der dargestellte Dauerteststand funktioniert folgendermaßen: Die Druckluft wird gefiltert. Das Präzisionsdruckregelventil stellt einen bestimmten Druck im System ein. Der Druckwert kann mit Hilfe des Präzisionsmanometers abgelesen werden. Der Druckluftspeicher dient zum Glätten von Druckschwankungen beim Schalten des Ventils. Der Dauerteststand hat 10 Druckluftanschlüsse für Drucksensoren, damit bis zu 10 Drucksensoren gleichzeitig getestet werden können. Wenn das Ventil öffnet, werden die Drucksensoren mit Druckluft belastet. Wenn das Ventil schließt, fällt der Druck an den Drucksensoren bis zum Atmosphärendruck ab. Das Ventil wird mit dem Mikrocontroller gesteuert. Die Anzahl von betätigten Schaltspielen wird mit dem Mikrokontroller gezählt. Der Benutzer kann über die RS-232 Schnittstelle die Anzahl der Schaltspiele von 1 Million bis 10 Millionen einstellen. Der Dauerteststand be- und entlastet die Drucksensoren so oft, wie es eingestellt wurde, mit dem eingestellten Druck und stoppt danach das Experiment.

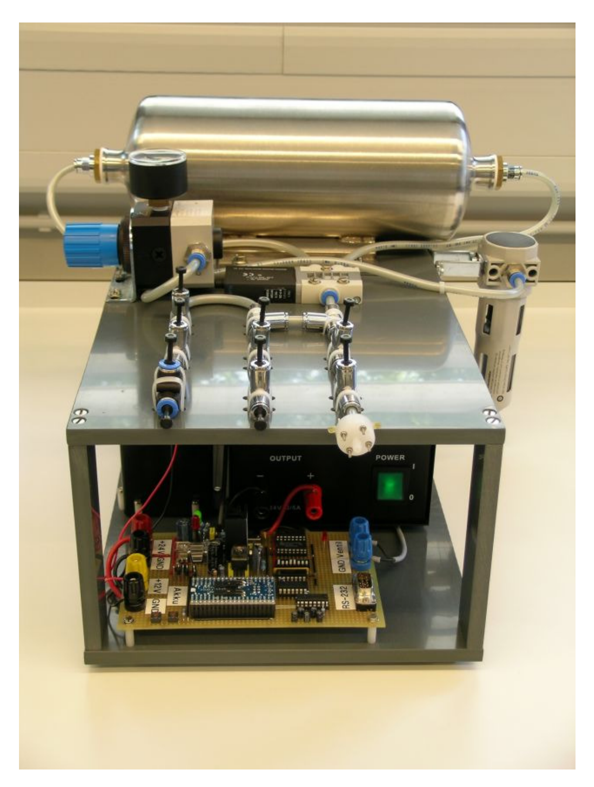


Abb. 5.8: Dauerteststand für dynamische Druckbelastungen.

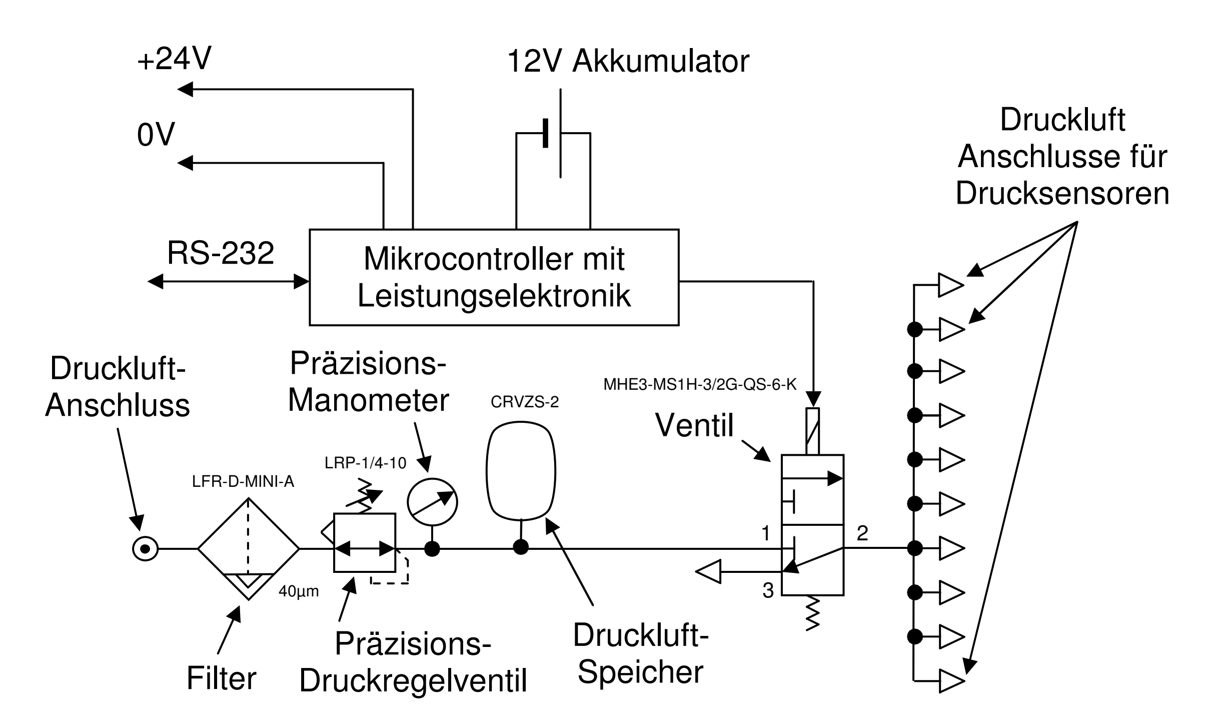


Abb. 5.9: Schematische Darstellung des Aufbaus des Dauerteststandes für dynamische Druckbelastungen.

5.3 Dauerteststand für statische Druckbelastungen

Ein Dauerteststand für statische Druckbelastungen ist in Abbildung 5.10 dargestellt.

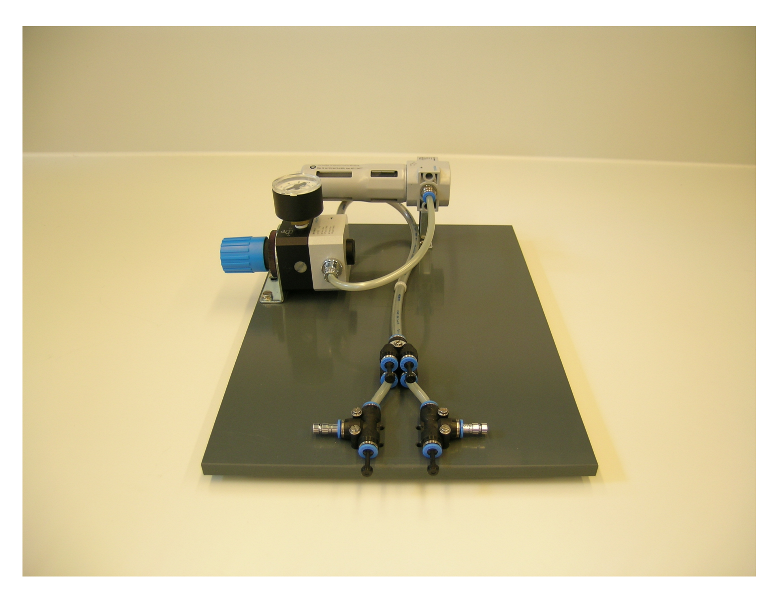


Abb. 5.10: Dauerteststand für statische Druckbelastungen.

Der Aufbau dieses Dauerteststandes ist in Form eines Blockschaltdiagramms in Abbildung 5.11 dargestellt.

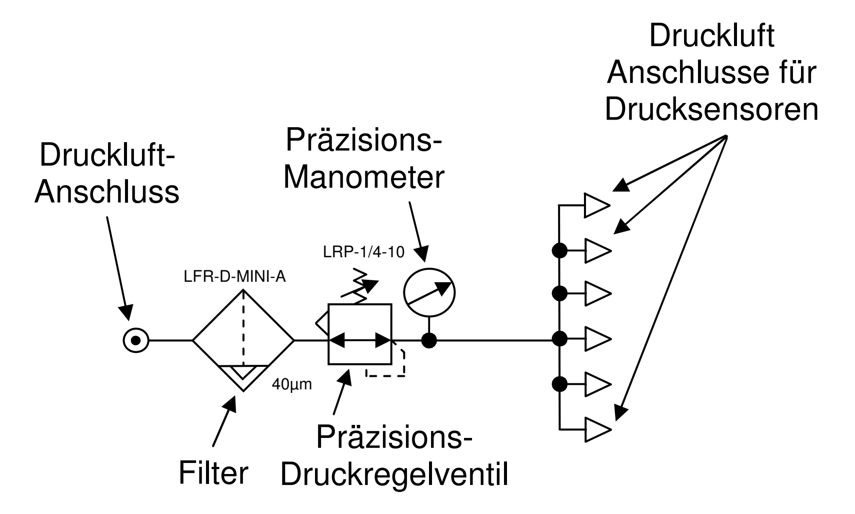


Abb. 5.11: Schematische Darstellung des Aufbaus des Dauerteststandes für statische Druckbelastungen.

Der dargestellte Dauerteststand für statische Druckbelastungen funktioniert folgendermaßen: Die Druckluft wird gefiltert. Das Präzisionsdruckregelventil stellt einen bestimmten Druck im System ein. Der Druckwert kann mit Hilfe des Präzisionsmanometers abgelesen werden. Der Dauerteststand hat 6 Druckluftanschlüsse für Drucksensoren.

6 Verfahrensentwicklung zur Fertigung der Drucksensoren

6.1 Komponenten eines PVDF-Drucksensors

Der in Kapitel 7 beschriebene Druckwächter besteht aus folgenden Komponenten:

1) metallbeschichtete polarisierte PVDF-Folie,
2) Drähte für die Verbindung der PVDF-Folie mit der elektronischen Schaltung,
3) Gehäuse,
4) elektronische Schaltung mit einem Temperatursensor für die Signalverstärkung, Signalverarbeitung und Temperaturkompensation.

6.1.1 PVDF-Folien

Metallbeschichtete polarisierte PVDF- und Copolymer-Folien können von folgenden Firmen gekauft werden: Measurement Specialities Inc. (USA), Precision Acoustics Ltd. (UK), PIEZOTECH S.A. (FR), AIRMAR Technology Corporation (USA), usw. Die PVDF-Folien von unterschiedlichen Herstellern haben eine Dicke von 9 µm bis 515 µm und können mit Silber, Gold, Kupfer, und anderen Metallen oder Legierungen beschichtet sein. Einige Hersteller bieten piezoelektrische PVDF-Folien mit Metallbeschichtung nach kundenspezifischem Muster an. Aus solchen Folien in einem Format von ca. DIN A4 können mehrere kleine Folien für einzelne PVDF-Druckwächter ausgeschnitten werden.

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurden PVDF-Drucksensoren aus drei Folientypen aufgebaut:

1) Einachsig gestreckte, 28 µm dicke PVDF-Folie mit beidseitiger, 6 µm dicker Silber-Tinten-Beschichtung. Die Gesamtdicke der Folie beträgt 40 µm. Diese Folie ist bei Measurement Specialities Inc. (USA) hergestellt. Die Toleranz für die piezoelektrischen Module dieser PVDF-Folie beträgt ± 20 %.
2) Zweiachsig gestreckte, 25 µm dicke PVDF-Folie mit beidseitiger, 70 nm dicker Gold- auf Platin-Beschichtung. Diese Folie ist bei PIEZOTECH S.A. (Frankreich) hergestellt. Die Toleranz für die piezoelektrischen Module dieser Folie beträgt ± 5 %. Die Toleranz kann nach Bedarf bei der Herstellung bis ± 2 % oder ± 3 % reduziert werden.
3) Einachsig gestreckte, 515 µm dicke PVDF-Folie mit beidseitiger 10 µm dicker Kupfer-Beschichtung. Diese Folie ist bei AIRMAR Technology Corp. (USA) hergestellt.

Silber-Tinten und Gold auf Platin-Beschichtungen unterscheiden sich dadurch, dass die Silber-Tinten-Beschichtung mechanisch stabiler als die Gold auf Platin-Beschichtung ist. Die Experimente haben gezeigt, dass an manchen Stellen die Gold auf Platin-Beschichtung beschädigt wird, wenn eine PVDF-Folie mechanisch stark gebogen wird. Diese Beschichtung ist dann nicht mehr leitfähig. Eine Silbertintenbeschichtung wird bei der gleichen Belastung nicht beschädigt. Andererseits hat die Gold auf Platin-Beschichtung eine viel bessere chemische Verträglichkeit als die Silber-Tinten-Beschichtung. Deshalb sollte eine Gold auf Platin-Beschichtung benutzt werden, wenn der Drucksensor eine gute chemische Verträglichkeit haben soll. Eine Silber-Tinten-Beschichtung ist einer Gold auf Platin-Beschichtung dann vorzuziehen, wenn ein Drucksensor starken mechanischen Belastungen standhalten soll.

6.1.2 Elektrische Anschlüsse

Die elektrische Verbindung der Elektroden der PVDF-Folie mit der elektronischen Schaltung kann mit Metalldrähten realisiert werden. Die Metalldrähte sollen gute chemische Beständigkeit haben, weil die PVDF Drucksensoren laut Lastenheft in Säuren, Laugen und Lösungsmitteln funktionieren sollen. Der Durchmesser der Metalldrähte muss kleiner sein als die Dicke der metallbeschichteten PVDF-Folie, weil die Metalldrähte während der Herstellung mit der PVDF-Folie zusammengepresst und erhitzt werden. Ein zu dicker Draht würde während der Herstellung die PVDF-Folie beschädigen, z.B. stark deformieren oder ein Loch in der Folie verursachen. Solche Beschädigungen können zur Änderung der Eigenschaften der Drucksensoren oder zur der Erzeugung von Defekten führen. Es muss dabei berücksichtigt werden, dass der Metalldraht eine ausreichende Reißlast hat und alle mechanischen Beanspruchungen während der Sensorherstellung überstehen kann. Die minimale Dicke des Metalldrahts ist durch seine Reißlast begrenzt.

17,5 µm dicke Bonddrähte vom Typ HA3 mit 2,0 % – 5,0 % Dehnung und mehr als 0.05 N Reißlast von der W.C. Heraeus GmbH wurden für die Verbindung der PVDF-Folie mit der elektronischen Schaltung verwendet [Hera06]. Diese Bonddrähte bestehen aus mehr als 99.99 % Gold und weisen eine sehr gute chemische Beständigkeit auf.

Auch 120 µm dicke Silberdrähte erwiesen sich als geeignet, wenn sie vorher flach gewalzt wurden. Die Dicke der Silberdrähte betrug nach der Bearbeitung ca. 20 µm.

6.1.3 Gehäuse

Das Gehäuse der PVDF-Druckwächter kann aus unterschiedlichen Materialen hergestellt werden. Um eine gute chemische Beständigkeit und einen breiten Arbeitstemperaturbereich des PVDF-Druckwächters zu ermöglichen, ist es günstig, das Gehäuse des Druckwächters aus PVDF herzustellen. PVDF hat eine sehr gute Beständigkeit gegenüber vielen Chemikalien (vgl. Tabelle 11.2) und ein PVDF-Gehäuse hat den gleichen oder fast den gleichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten wie die piezoelektrische PVDF-Folie. Damit werden ein großer Arbeitstemperaturbereich und eine kleine Temperaturabhängigkeit erreicht.

Das Gehäuse des Druckwächters kann mit Hilfe unterschiedlicher Herstellungsverfahren aus PVDF hergestellt werden, z.B. durch Fräsen oder Spritzgießen. Das günstigste Verfahren für die Herstellung des Gehäuses aus PVDF ist Spritzgießen. Die Fertigung von PVDF-Druckwächtern hat gezeigt, dass die geringste erforderliche Herstellungstoleranz $\pm$ 50 µm beträgt. Mit dieser engen Herstellungstoleranz muss nur das Loch, über dem die PVDF-Folie frei aufhängt wird, hergestellt werden, weil die Form und Große des Lochs einen direkten Einfluss auf die Kennlinie des Druckwächters haben. Alle anderen Abmessungen können mit einer geringeren Herstellungstoleranz, z.B. $\pm$ 200 µm, hergestellt werden.

Unterschiedliche Konstruktionen eines PVDF-Druckwächters sind in Kapitel 7.1 dargestellt. In Abb. 6.1 ist ein PVDF-Druckwächter dargestellt. Die Konstruktion dieses Druckwächters ist in Abb. 7.1 dargestellt. Die großen und die kleinen Löcher am Rande des Gehäuses sind für Schrauben bzw. Zuleitungsdrähte vorgesehen. Die PVDF-Folien in diesen Gehäusen haben eine Sensorfläche mit einem Durchmesser von 4 mm. PVDF-Drucksensoren, welche aus diesem Gehäuse aufgebaut sind, werden im Weiteren als geschraubte PVDF-Drucksensoren bezeichnet.

Wenn die Gehäuseteile eines Drucksensors durch Schweißen oder Kleben verbunden werden, wird der Drucksensor als geschweißter bzw. geklebter Drucksensor bezeichnet. Geschweißte und geklebte Drucksensoren können kleiner als geschraubte hergestellt werden, weil in ihren Gehäusen kein Platz für die Schrauben vorgesehen werden muss. In Abb. 6.2 ist ein geschweißter und in Abb. 6.3 ein geklebter PVDF-Druckwächter dargestellt.

Alle im Rahmen dieser Arbeit hergestellten Gehäuseteile sind durch Fräsen gefertigt worden. Fräsen ist für große Stückzahlen teurer als Spritzgießen, für die hier beschriebenen Experimente war Fräsen aber besser geeignet, weil nur wenige Teile benötigt wurden und Änderungen leichter möglich waren.

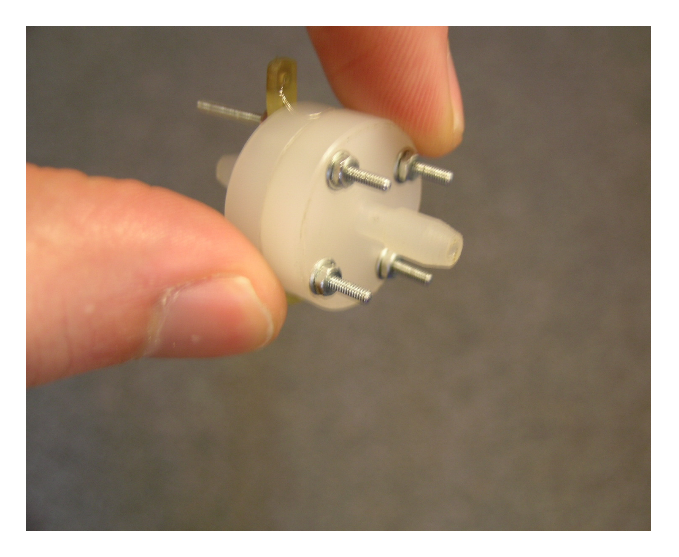


Abb. 6.1: Geschraubter PVDF-Drucksensor.

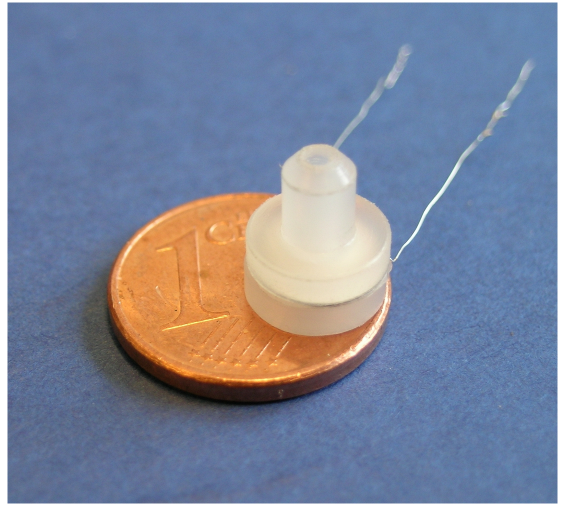


Abb. 6.2: Mit Thermoschweißen hergestellter PVDF-Drucksensor.

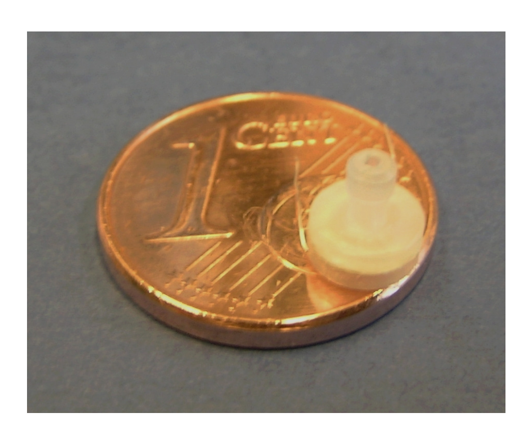


Abb. 6.3: Geklebter PVDF-Drucksensor.

6.1.4 Elektronische Schaltung

Der Aufbau einer elektronischen Schaltung für den Druckwächter ist in den Kapiteln 5.1.7 und 7.6 beschriebenen. Für den Druckwächter wurde eine elektronische Messschaltung aufgebaut (siehe Abbildung 6.4), die aus diskreten elektronischen Komponenten, digitalen integrierten Schaltungen und Operationsverstärkern aufgebaut ist. Wenn Druckwächter in großen Stückzahlen hergestellt werden, kann ein spezieller

integrierter elektronischer Chip entwickelt werden, welcher alle für einen Druckwächter notwendigen elektronischen Komponenten beinhaltet. Dieser Chip kann in das Druckwächtergehäuse integriert werden. Dadurch können Preis und Abmessungen weiter reduziert werden.

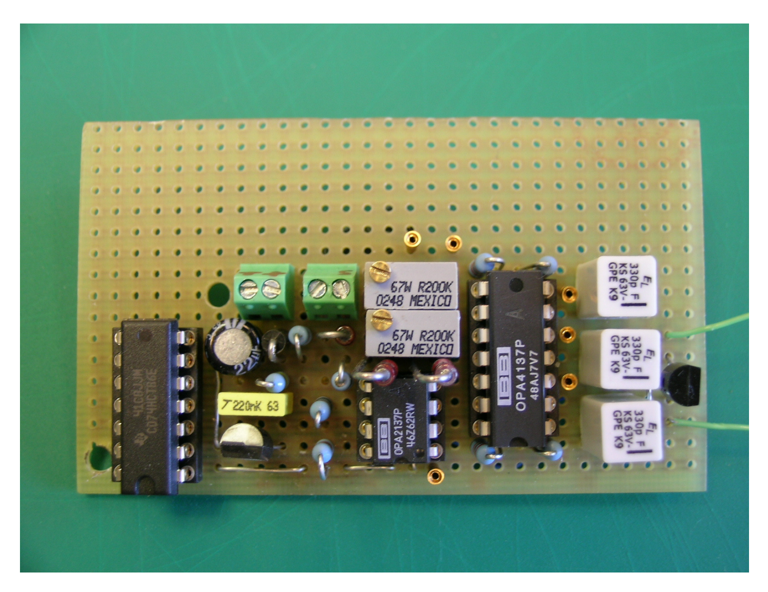


Abb. 6.4: Elektronische Schaltung für PVDF-Druckwächter.

6.2 Tempern von PVDF-Folien und Gehäusen

Das Tempern von PVDF-Folie und Gehäuse unter Druckbelastungen bei Temperaturen, die oberhalb der maximalen Einsatztemperatur des Druckwächters liegen, hat einen wichtigen Einfluss auf die Eigenschaften der Folien. Durch Tempern kann folgendes erreicht werden:

1) Die Kennlinie des Druckwächters kann linearisiert werden (siehe Kapitel 8.2.2 und 8.5.2),

2) durch Temperaturänderungen verursachte mechanische Spannungen in einer PVDF-Folie können minimiert werden (siehe Kapitel 4.2.2).

Für das Tempern von PVDF-Folien wurde entweder der Ofen FD 115 von Firma BINDER GmbH oder der Klimaschrank VCL 4010 von Firma Vötsch Industrietechnik GmbH verwendet. Am Ofen kann die Temperatur von ca. 5 °C über Raumtemperatur bis 300 °C eingestellt werden. Die räumliche Temperaturabweichung beträgt bei 70 °C 0,7 °C und bei 150 °C 1,8 °C. Die zeitliche Temperaturabweichung beträgt weniger als 0,3 °C [Bind04]. Der Klimaschrank VCL 4010 ist in Kapitel 5.1.6 beschrieben.

PVDF-Folie und -Gehäuse können auf folgende Weisen getempert werden:

1) PVDF-Folie und -Gehäuse werden getrennt in einen Ofen gelegt und dort getempert;

2) Der PVDF-Druckwächter (PVDF-Gehäuse mit der PVDF-Folie sind zusammengebaut) wird in den Ofen gelegt und dort getempert.

3) Der PVDF-Druckwächter wird in den Ofen gelegt, mit Druckluft belastet und getempert.

Durch das Tempern ohne Druckbelastung (Fall 1) sinken die piezoelektrischen Koeffizienten der PVDF-Folie auf bestimmte Werte. Die PVDF-Folie schrumpft und wird kleiner als vor dem Tempern (siehe Kapitel 4.2). Die piezoelektrischen Koeffizienten der PVDF-Folie und die Abmessungen der PVDF-Folie ändern sich nach dem Tempern im gesamten Arbeitstemperaturbereich nicht mehr.

Das Gehäuse des PVDF-Druckwächters kann seine Abmessungen während des Temperns durch den Abbau von inneren mechanischen Spannungen ändern. Nach dem Tempern tritt dieser Prozess im ganzen Arbeitstemperaturbereich dann nicht mehr auf und hat deshalb keinen Einfluss auf die Funktion des Sensors.

Wenn ein PVDF-Druckwächter (PVDF-Folie ist ins Gehäuse eingebaut) getempert wird (Fall 2), können mechanische Spannungen in der Folie andere Werte haben, als wenn der Druckwächter nach dem getrennten Tempern von Folie und Gehäuse hergestellt wird. Das kann zur Änderung des Ausgangssignals des Druckwächters führen.

Der Druckwächter wird unter einer Druckbelastung getempert (Fall 3), um das Kriechen der PVDF-Folie während des Betriebs zu minimieren. Während des Temperns unter Druckbelastung finden Kriechen und Relaxationsprozesse in der PVDF-Folie statt. Die Polymerketten werden dadurch umgeordnet, schwache molekulare Verbindungen gebrochen und die starke molekulare Verbindungen beibehalten. Das Ausgangssignal eines solchen PVDF-Drucksensors ändert sich im Dauerbetrieb (nach langfristigen dynamischen und statischen Druckbelastungen) nicht oder nur geringfügig.

In Kapitel 8.5.2 wird das Tempern der PVDF-Druckwächter beschrieben und der Einfluss des Temperns auf deren Eigenschaften im Detail untersucht.

6.3 Stanzen von PVDF-Folien

Aus einer großen PVDF-Folie können mit einem Stanzwerkzeug gleichzeitig mehrere kleine PVDF-Folien ausgeschnitten werden. Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurde dafür ein Stanzwerkzeug entworfen und gebaut. Dieses Stanzwerkzeug ist nur für das Stanzen einer Folie geeignet, es ist aber auch möglich und erscheint für eine Serienproduktion sinnvoll, mit einem größeren Stanzwerkzeug mit jedem Fertigungsschritt mehrere Folien zuzuschneiden. In Abbildung 6.5 sind das Stanzwerkzeug und seine Komponenten dargestellt.

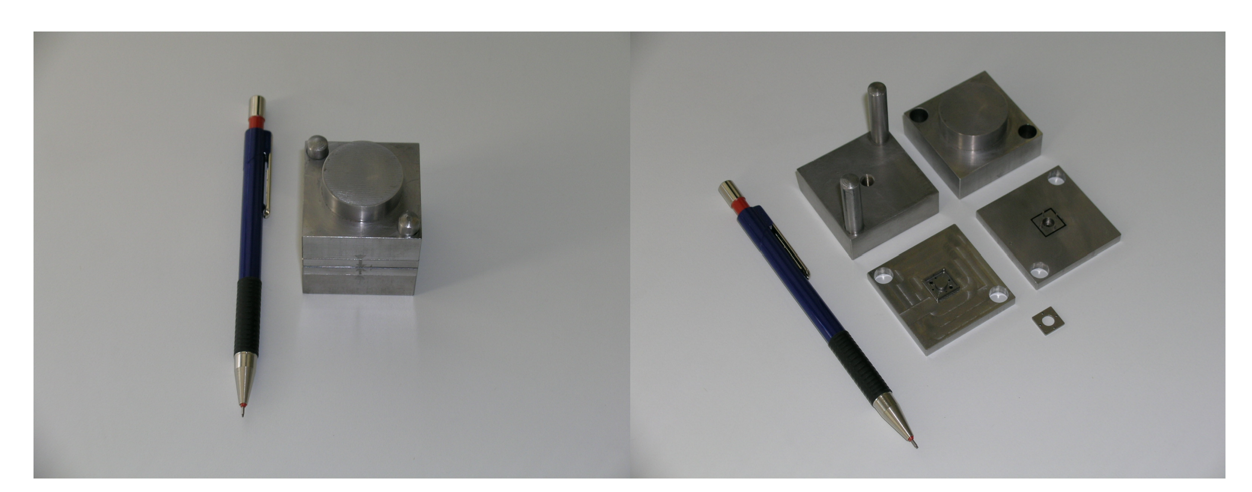


Abb. 6.5: Stanzwerkzeug für PVDF-Folien (links) und seine Komponenten (rechts).

Um die Folien zu stanzen, wird das Stanzwerkzeug mit einer Presse zusammengedrückt. Die Handpresse und das Stanzwerkzeug sind in Abb. 6.6 dargestellt. Eine gestanzte piezoelektrische PVDF-Folie ist in Abb. 6.7 dargestellt.

PVDF-Folien können mit dem Stanzwerkzeug sehr kostengünstig in kleinen und in großen Stückzahlen hergestellt werden. Stanzen beeinflusst die piezoelektrischen Eigenschaften der PVDF-Folie nicht. Die gestanzten PVDF-Folien brauchen keine weitere Behandlung. Sie können direkt für den Aufbau des Druckwächters verwendet werden.

Abb. 6.6: Handpresse mit Stanzwerkzeug.

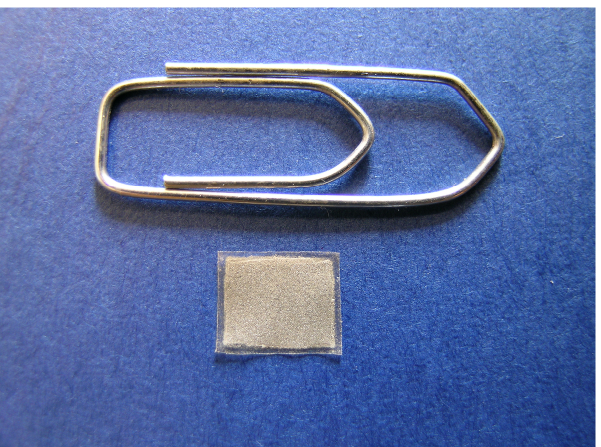


Abb. 6.7: Gestanzte piezoelektrische PVDF-Folie.

6.4 Thermoschweißen des Gehäuses für PVDF-Druckwächter

Nachdem alle Komponenten der PVDF-Druckwächter (PVDF-Folie, Gehäuseteile, elektronische Schaltung und Anschlusskabel) hergestellt sind, wird der Druckwächter zusammengebaut. Das kann in folgenden Schritten realisiert werden:

1) Anlegen der piezoelektrischen PVDF-Folie und Anschlussdrähte an das untere PVDF-Gehäuseteil (siehe Abb. 6.8),
2) Anlegen des oberen Gehäuseteils an das unterer Gehäuseteil und verschweißen von beiden Gehäuseteilen,
3) Anschluss der elektronischen Schaltung.

Das Verschweißen von unteren und oberen Gehäuseteilen wird mit einem Schweißgerät realisiert. Während des Schweißens wird ein Heizdraht, der in Kontakt mit dem

unteren und oberen Gehäuseteilen steht, erhitzt, was zum Verschmelzen und Verschweißen der Gehäuseteile führt. Das Schweißgerät ist im folgenden Kapitel beschrieben.

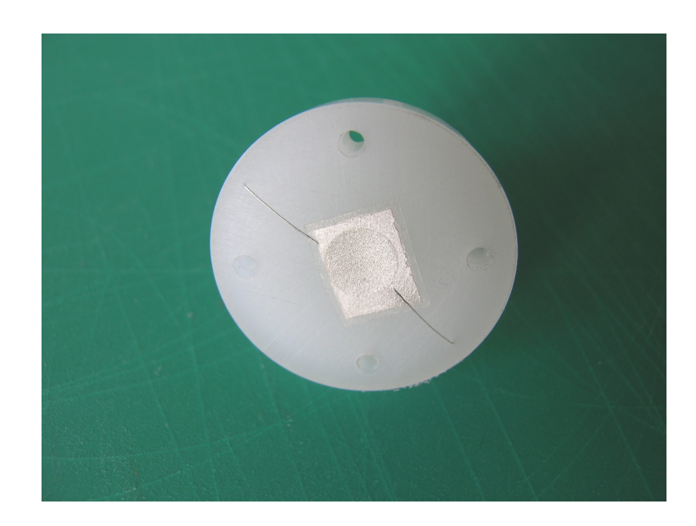


Abb. 6.8: Unteres PVDF-Gehäuseteil mit angebrachter PVDF-Folie und zwei Anschlussdrähten.

6.4.1 Thermoschweißgerät

Das Thermoschweißgerät ohne Netzteil und Druckregelventil ist in Abb. 6.9 dargestellt. Das Schweißgerät besteht aus folgenden Komponenten: 1) Spannungs- und stromgeregeltes Netzteil, 2) Schweißstromgenerator mit Timer, 3) Handpresse mit Sensorhalterung, 4) Druckregelventil, 5) Druckluftkühler und 6) Steuerkonsole. Am Thermoschweißgerät wird der PVDF-Drucksensor mit dem Heizdraht befestigt.

Als Heizdraht wurde ein Widerstandsdraht nach DIN 46 461 (CuNi44) auch Konstantan genannt von Firma Block Transformatoren-Elektronik GmbH & Co. KG verwendet [Bloc06]. Es wurde ein Draht mit 200 µm Durchmesser mit der Bezeichnung RD 100/0,2 benutzt. Beim Erhitzen baut Konstantan eine stabile elektrisch isolierende Oxidschicht auf seiner Oberfläche auf. Deshalb bildet sich kein elektrischer Kontakt zu den elektrisch leitenden Teilen des PVDF-Drucksensors aus. Konstantan (CuNi44) ist eine Legierung, die aus 56 % Kupfer und 44 % Nickel besteht. Der verwendete Heizdraht hat folgende Eigenschaften:

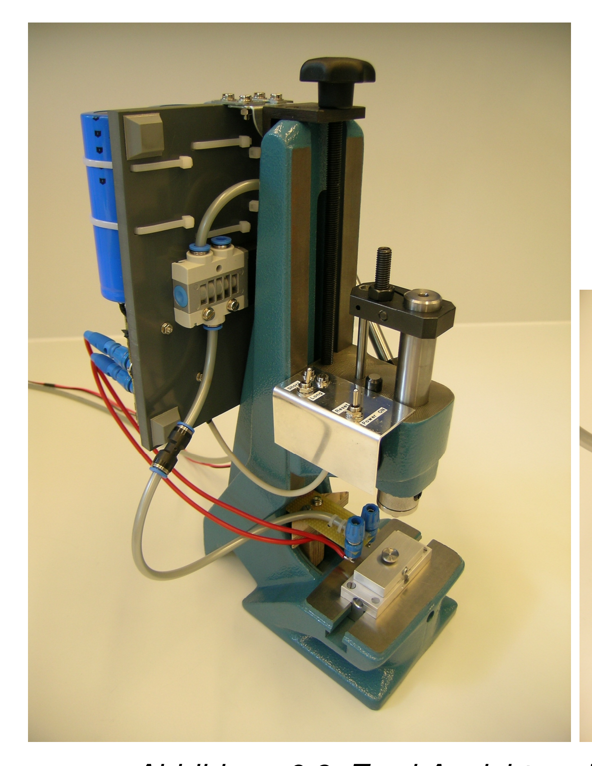
1) die höchste zulässige Drahttemperatur beträgt 600 °C,
2) der mittlere lineare Wärmeausdehnungskoeffizient zwischen 20 und 100 °C beträgt $13{,}5 \cdot 10^{-6}\ K^{-1}$,
3) der mittlerer Temperatur-Beiwert des elektrischen Widerstandes bei 20 °C liegt zwischen $40 \cdot 10^{-6}$ und $80 \cdot 10^{-6}\ K^{-1}$,
4) die Schmelztemperatur liegt zwischen 1220 und 1270 °C,
5) der spezifische elektrische Widerstand beträgt $0{,}49\ (\Omega \cdot mm^2)/m$,
6) der elektrische Widerstand beträgt 0,156 Ω/cm.

Das Netzteil erzeugt Spannungen von 0 bis 60 V und Ströme von 0 bis 4 A. Der Schweißstromerzeuger kann den Schweißdraht mit einem kurzen (von 0,1 ms bis 150 ms) Stromimpuls bis 120 A oder mit einen langen (von 5 ms bis 5,7 s) Stromimpuls bis 4 A erhitzen. Schweißstrom und Schweißzeit können mit entsprechenden

Potentiometern und mit einem Schalter zum Umschalten zwischen kurzen und langen Stromimpulsen eingestellt werden.

Der Drucksensor wird während des Schweißens mit Druckluft gekühlt. Die Kühlrate kann durch die Einstellung des Systemdrucks mit einem Druckregelventil zwischen 0 und 700 kPa eingestellt werden. Die Kühlung wird nur dann eingeschaltet, wenn der Schweißstrom eingeschaltet wird.

Ober- und Unterteile des Gehäuses werden in speziellen Haltern befestigt und richtig positioniert. Der Heizdraht wird an zwei Steckern angeschlossen. PVDF-Folie und Sensorelektroden werden auf das untere Gehäuseteil gelegt. Obere und untere Gehäuseteile werden während des Schweißens mit der Handpresse zusammengedrückt.



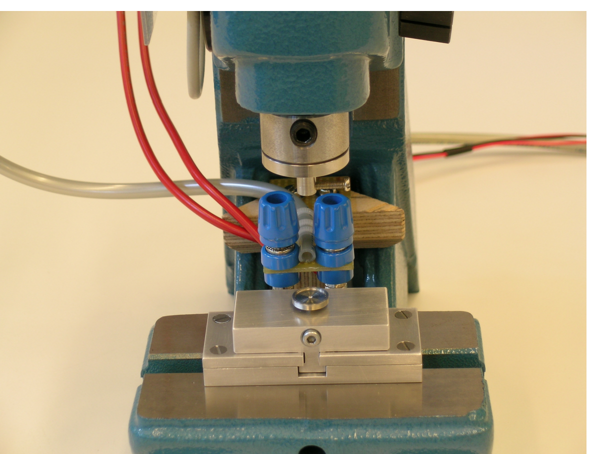


Abbildung 6.9: Zwei Ansichten des Geräts fürs Thermoschweißen.

6.4.2 Prinzip des Thermoschweißens

Das Funktionsprinzip des Thermoschweißens ist in Abb. 6.10 dargestellt.

Der Luftdruck wird auf 200 kPa eingestellt. Danach wird der 200 µm dicke Heizdraht aus Konstantan mit einem Stromimpuls mit einer Dauer von ca. 66 ms und einer Amplitude von 5 A bis 10 A erhitzt. Während der Erhitzung des Heizdrahtes entsteht eine Oxidschicht auf der Drahtoberfläche. Diese Oxidschicht hat einen sehr hohen elektrischen Widerstand und wirkt daher als ein sehr guter Isolator. Um eine dickere Oxidschicht zu bilden, kann ein höherer Strom oder eine längere Impulsdauer benutzt werden bzw. der Heizdraht kann mit mehreren nacheinander folgenden Stromimpulsen erhitzt werden. Danach wird mit dem Heizdraht eine Schlaufe gebildet (siehe Abb. 6.11), die so auf das Unterteil des Gehäuses gelegt wird, dass der Draht auf den zu verschweißenden Bereich zu liegen kommt. An der Stelle, wo sich der Draht kreuzt, entsteht kein Kurzschluss, weil der Draht mit der isolierenden Oxidschicht bedeckt ist. Danach werden die einzelnen Komponenten des Druckwächters, wie es in Abb. 6.10 dargestellt ist, auf einander gelegt.

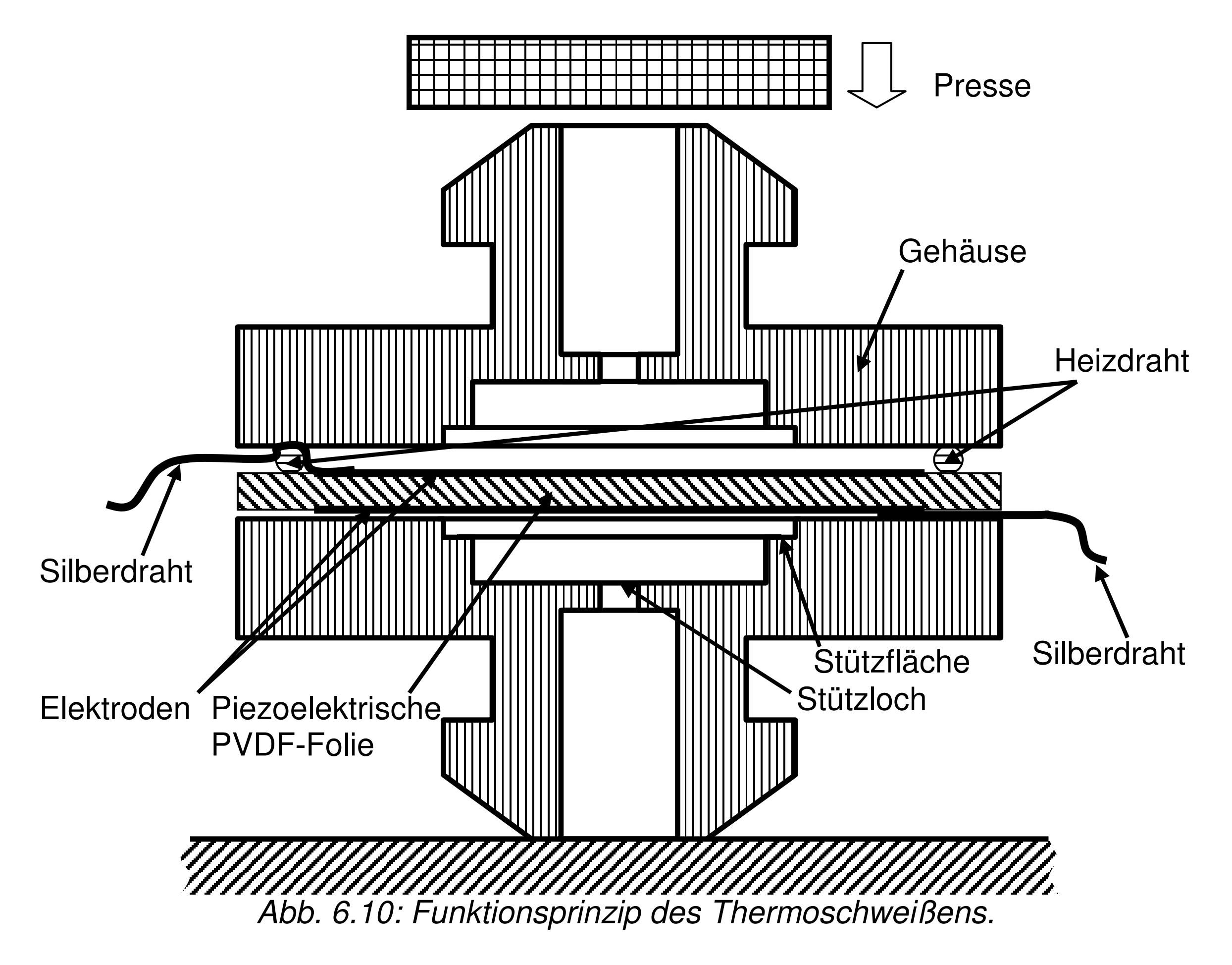


Abb. 6.10: Funktionsprinzip des Thermoschweißens.

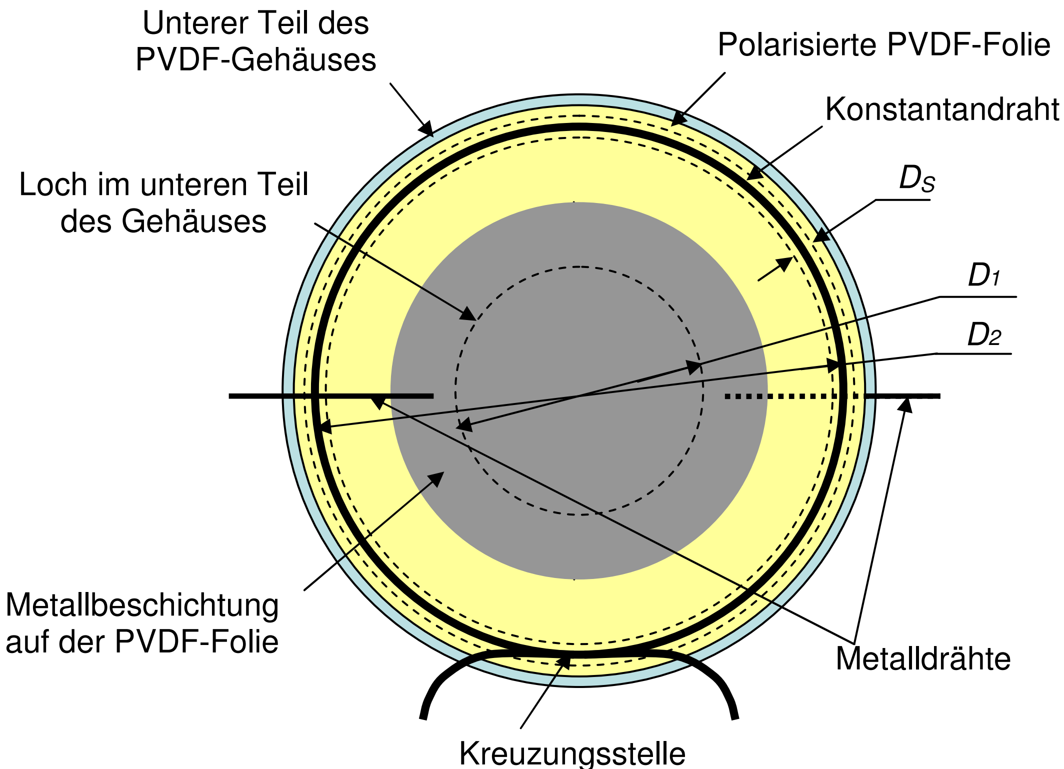


Abb. 6.11: Ansicht von oben auf einen PVDF-Druckwächter ohne oberes Gehäuseteil.

Zunächst wird auf das untere Gehäuseteil ein Silber- oder Golddraht gelegt. Auf den Silber- oder Golddraht wird die silbertinten- bzw. goldbeschichtete PVDF-Folie gelegt, sodass die untere Folienelektrode und der Draht einen elektrischen Kontakt haben. An den Stellen, an welchen die PVDF-Folie mit dem Gehäuse verschweißt wird, wird die Metallbeschichtung von der Oberfläche der PVDF-Folie entfernt, um eine bessere Schweißverbindung zu erreichen. Danach wird der Heizdraht auf die PVDF-Folie gelegt. Auf den Heizdraht wird ein Silber- bzw. Golddraht gelegt, sodass die obere Folienelektrode und der Draht einen elektrischen Kontakt haben. Danach wird das obere Gehäuseteil auf den ganzen Aufbau gelegt. Alle auf einander gelegten Komponenten ohne das obere Gehäuseteil sind in Abb. 6.11 dargestellt. Das unsichtbare Teil der Metallelektrode und die Kante des Loches sind in Abb. 6.11 mit einer punktierten Linie dargestellt.

Die oberen und die unteren Gehäuseteile werden mit der handbetätigten Presse mit einer Kraft von 50 N bis 100 N zusammengedrückt. Danach wird der Heizdraht mit 3,5 A Strom für 2,5 s erhitzt. Dadurch werden das PVDF-Gehäuse und die PVDF-Folie in der Nähe des Heizdrahtes verschmolzen und zusammengeschweißt. Wenn der Strom geringer als 3,5 A und die Schweißzeit geringer als 2,5 s sind, findet das Schweißen nicht vollständig statt und der Sensor kann undicht werden. Andererseits dürfen Schweißstrom und Schweißzeit nicht zu stark erhöht werden, um die PVDF-Folie nicht zu beschädigen.

Der Heizdraht wird nach dem Schweißen in der Nähe des Gehäuses abgeschnitten. Die elektrische Spannung der piezoelektrischen PVDF-Folie wird mit Hilfe der Silber- bzw. Golddrähte abgegriffen. Sie haben einen mechanischen Kontakt mit dem Heizdraht und sind mit ihm elektrisch verbunden. Die Oxidschicht auf der Oberfläche des Heizdrahtes hat einen sehr großen elektrischen Widerstand. Der Wert dieses Widerstands ist je größer desto dicker die Oxidschicht ist. Die Messungen haben gezeigt, dass der Widerstand der Oxidschicht im Drucksensor typischerweise mehr als 10 GΩ beträgt. Diese Widerstand ist hoch genug und kann deshalb für die meisten Anwendungen vernachlässigt werden (vgl. Kapitel 7.2.6 und 8.4.3). Deshalb kann angenommen werden, dass der Heizdraht das Ausgangssignal des Druckwächters nicht beeinflusst.

Ein durch Thermoschweißen hergestellter Drucksensor (PVDF-Gehäuse zusammen mit piezoelektrischer PVDF-Folie) ist in Abb. 6.2 dargestellt. Die geschweißten Drucksensoren wurden auf Dichtheit untersucht. Sie wurden in Wasser getaucht und mit bis zu 0,6 - 0,7 MPa Druckluft belastet. Nach einem 2 Minuten langen Test traten keine Luftblasen aus dem Drucksensor aus. Tests bei Drücken über 0,7 MPa wurden nicht durchgeführt, weil die hierfür benötigte Apparatur zu diesem Zeitpunkt nicht zur Verfügung stand.

Um die Qualität der Schweißstelle bei höheren Drucken zu testen, wurde die PVDF-Folie durch eine 3,7 mm dicke PVDF-Platte ersetzt. Der Berstdruck des Gehäuses wurde mit Hilfe einer hydraulischen Handpumpe und eines Manometers im Institut für fluidtechnische Antriebe und Steuerungen (IFAS) der RWTH Aachen gemessen. Der Durchmesser des Gehäuses betrug 12 mm, der Durchmesser des Schweißrings betrug D_2 = 9 mm. Der Berstdruck des Drucksensors betrug 8 MPa. Dieser Berstdruck liegt über dem im Lastenheft dargestellten Wert von 5 MPa. Es ist denkbar, dass sich der Berstdruck durch die Optimierung des Schweißvorganges weiter erhöhen lässt.

6.4.3 Berechnung der Breite der Schweißstelle

Im Folgenden wird berechnet, wie breit die Schweißnaht des oben genannten Druckwächters sein muss, um 8 MPa Druckdifferenz aushalten zu können.

Der Durchmesser der kreisförmigen Fläche, auf welcher der Druck wirkt, beträgt D_2 = 9 mm. Die Streckfestigkeit von PVDF beträgt ca. σ_Y = 50 MPa (Tabelle 11.1). Die Kraft, welche auf den Druckwächter wirkt, kann mit folgender Gleichung berechnet werden:

$$F = A_2\ P = \frac{\pi\ D_2^2}{4} P = \frac{\pi \cdot (9\ mm)^2}{4} \cdot 8\ MPa = \pi \cdot 20{,}25 \cdot 10^{-6} \cdot 8 \cdot 10^6\ N \approx 509\ N \qquad (6.1)$$

Die Fläche der Schweißzone muss mindestens so groß sein, dass die Streckfestigkeit nicht überschritten wird. Die Mindestbreite L_S der Schweißstelle kann deshalb mit folgender Gleichung abgeschätzt werden:

$$L_S = \frac{F}{\pi\ D_2\ \sigma_Y} \approx \frac{509}{\pi \cdot 9 \cdot 10^{-3} \cdot 50 \cdot 10^6} \approx 0{,}36\ mm \qquad (6.2)$$

Die Durchmesser der Schweißzone mit dem Draht beträgt:

$$D_S = L_S + D_d = 0{,}36 + 0{,}2 \approx 0{,}56 \quad mm \qquad (6.3)$$

Das heißt, dass die Temperatur während des Schweißens auf $\frac{L_S}{2} = 180$ µm Entfernung vom Heizdraht hoch genug sein muss, um PVDF zum Schmelzen zu bringen.

6.4.4 Untersuchung der Schweißstelle

Nachdem der Berstdruck des Gehäuses gemessen wurde, wurden die Ober- und Unterteile des Druckwächters von einander getrennt. Die Schweißzone wurde unter dem optischen Mikroskop untersucht. Objektiv- und Okularvergrößerung betrug 5x bzw. 10x. Die Bilder wurden mit einer Kamera aufgenommen. Die Bildgröße beträgt ca. 3 x 4 mm.

In Abb. 6.12 links ist das PVDF-Gehäuse mit der Schweißzone dargestellt. Abb. 6.12 rechts zeigt die Schweißnaht zusammen mit einen Stück 200 µm dickem Schweißdraht. Die Breite der Schweißzone, in der das PVDF vollständig verschmolzen ist, beträgt ca. 0,5 mm was dem berechneten Wert 0,56 mm sehr nahe kommt. Der Heizdraht wird während des Schweißens in das PVDF-Gehäuse gepresst, wobei die auslaufende PVDF-Schmelze sich in der Nähe der Schweißzone sammelt und chemische Verbindungen mit dem festen PVDF des Gehäuses bildet (unvollständig verschweißt). Obwohl diese chemischen Verbindungen nicht so stark wie in einheitlichem PVDF sind, wird die Schweißverbindung durch sie weiter verstärkt. Die gesamte Breite der Schweißzone zusammen mit dem auslaufenden PVDF kann bis zu 1 mm betragen. In beiden Abbildungen der Abb. 6.12 wird jeweils rechts die Außenseite des Drucksensors und links die Innenseite dargestellt. Die Schmelze sammelt sich hauptsächlich an der Außenseite der Schweißzone. Das liegt daran, dass sich der Heizdraht während der Erwärmung ausdehnt und zur Außenseite des Drucksensors bewegt. Weil sich wenig Schmelze auf der Innenseite der Schweißzone sammelt, wird die PVDF-Folie durch die Schmelze nicht beschädigt.

Wenn ein Drucksensor weniger als 8 MPa Berstdruck auszuhalten braucht, kann durch Anpassen des Schweißverfahrens eine kleinere Schweißzone gewählt werden. Der Durchmesser des Gehäuses des PVDF-Druckwächters muss ca. 2 mm größer

sein als der Durchmesser der piezoelektrischen Sensorfolie (1 mm für jede Schweißzone). Wenn der Durchmesser der Sensorfolie 2 oder 3 mm beträgt, können PVDF-Drucksensoren mit einem Durchmesser von 4 mm oder 5 mm hergestellt werden. Dies ist eine sehr vorsichtige Abschätzung, weil sich die Fläche, auf die die Druckdifferenz wirkt, und damit die Kraft bei einem verminderten Foliendurchmesser ebenfalls verkleinert.

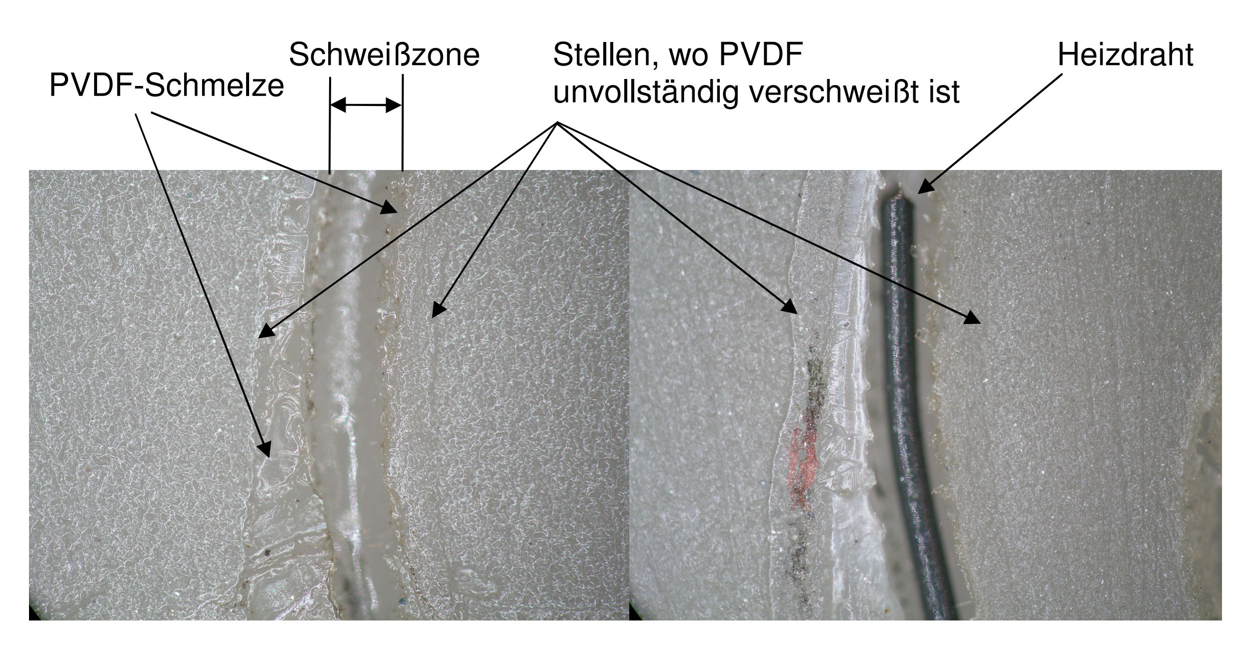


Abb. 6.12: Schweißzone im Gehäuse (links) und im Gehäuse mit Heizdraht (rechts).

6.5 Kleben des Gehäuses für PVDF-Druckwächter

PVDF ist ein Kunststoff, der schwer zu verkleben ist. Deshalb wurden sechs verschiedene Klebstoffe auf ihre Eignung zur Verklebung von PVDF untersucht:

1) Pattex hot Heissklebe-Patronen von Henkel KGaA;
2) Sekundenkleber 43 (Cyanacrylat) von Loxeal Engineering Adhesives;
3) UHU Glas Kleber (UV härtend) von UHU GmbH & Co KG;
4) UHU Plast Kleber;
5) UHU Plus Sofortfest 2-Komponenten Epoxidharzkleber;
6) Tangit PVC-U Spezial-Klebstoff von Henkel KGaA.

Vor dem Kleben wurden die PVDF-Teile gereinigt und entfettet. Es wurde festgestellt, dass die Klebeverbindung bei den beiden letzten Klebstoffen besser war als bei den anderen.

Ein PVDF-Drucksensor wurde mit Tangit PVC-U Spezial-Klebstoff verklebt. Dieser Drucksensor hat 5 mm Durchmesser und 5,4 mm Höhe (Abbildung 6.3). Der Durchmesser des Lochs für die PVDF-Folie beträgt 3 mm. Dieser Drucksensor wird mit einem Schlauch mit 2 mm Innendurchmesser verbunden. Der geklebte Drucksensor hält 700 kPa Druck stand. Der Drucksensor wurde bei höheren Drücken nicht untersucht, weil 700 kPa für viele Anwendungen ausreichend ist.

7 Layout und Design von Drucksensoren

7.1 Aufbau eines Druckwächters aus PVDF-Folien

An der Oberfläche einer PVDF-Folie sammeln sich elektrische Ladungen an, wenn sie mit einer mechanischen Spannung belastet wird. Es ist möglich, die elektrischen Ladungen auf der Oberfläche von PVDF-Folien zu messen und dadurch den Druck zu bestimmen. Es ist auch möglich, den elektrischen Spannungsabfall zwischen den Oberflächen der PVDF-Folien zu messen und so deren Dehnung zu bestimmen. Wenn ein Druck auf die Folie einwirkt, verursacht dies eine Dehnung und die elektrische Spannung ist ein Maß für den Druck.

7.1.1 Differentialdruckwächter

Ein einfacher Differentialdruckwächter aus PVDF-Folien könnte deshalb so aufgebaut werden, wie es in Abb. 7.1 schematisch dargestellt ist: Eine 28 µm dicke silbertintenbeschichtete PVDF-Sensorfolie ist an ihrem Rand beidseitig mit einem PVDF-Gehäuse geklemmt, verschweißt oder verklebt. Der Durchmesser der kreisförmigen Fläche, auf der die PVDF-Folie frei hängt, beträgt zwischen 1 bis 5 mm. Dieses Loch hat die Fläche A_1 (siehe Abbildung 7.1). Die Fläche, auf welcher der angelegte Druck wirkt, ist im allgemeinen größer und wird mit A_2 bezeichnet. Die gesamte metallbeschichtete Fläche der PVDF-Folie sei A_3. Die Öffnung im Gehäuse ist zwischen 200 und 1000 µm tief. Die Stützlöcher in den Gehäuseteilen haben einen Durchmesser von 100 bis 200 µm.

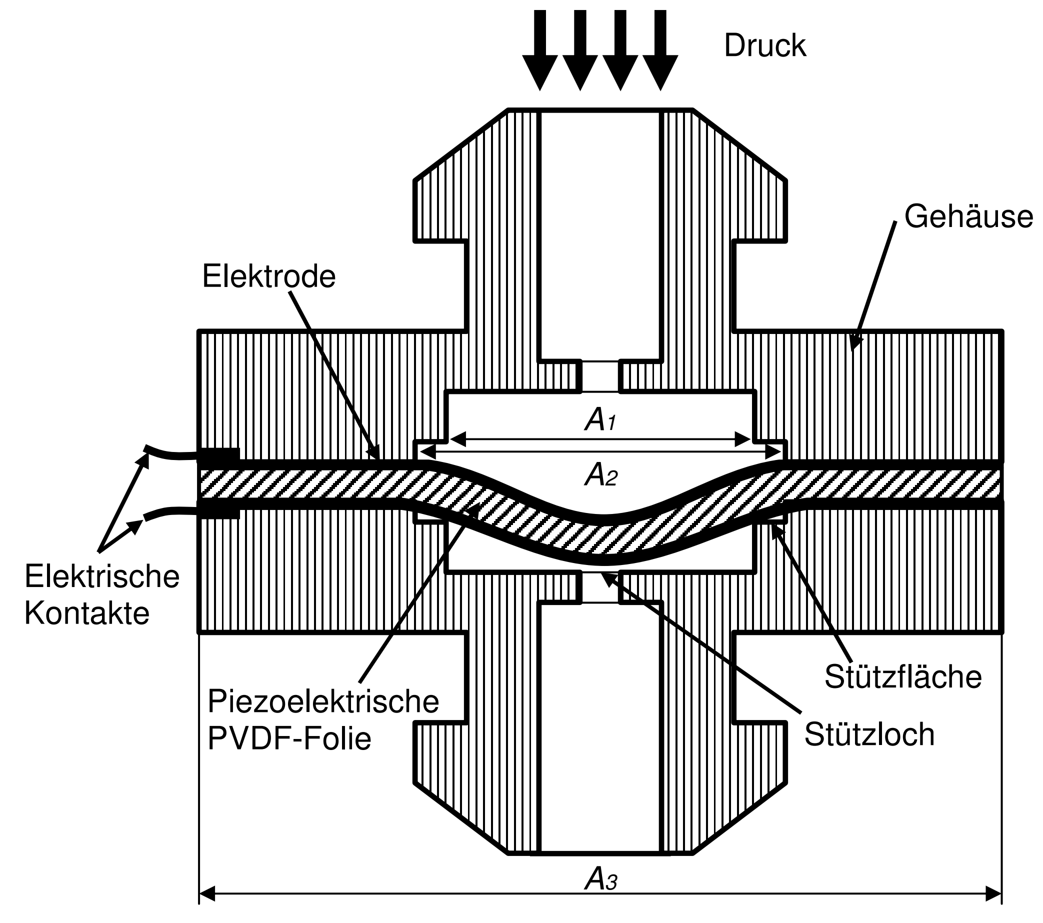


Abb. 7.1: Konstruktion eines Differentialdruckwächters

Die Spannung oder die Ladungen auf den Oberflächen der piezoelektrischen PVDF-Folien werden mit Hilfe von elektrischen Kontakten abgegriffen und einer elektronischen Schaltung zugeführt. In den Gehäuseteilen des Drucksensors sind Stützflächen (Absenkungen) angebracht, um eine lineare Kennlinie für den Drucksensor zu erhalten. Wie sich die Größe der Stützfläche auf die Kennlinie eines PVDF-Drucksensors auswirkt, wird später in Kapitel 7.2.1 und 8.2.2 diskutiert.

Die Differentialdruckwächter funktionieren folgendermaßen: Bei Druckzufuhr von oben oder von unten biegt sich die PVDF-Folie, dadurch entstehen in der Folie mechanische Spannungen, die zur Ausbildung einer elektrischen Ladung und somit einer entsprechenden elektrischen Spannung zwischen den Elektroden der Folie führen. Diese elektrische Ladung bzw. Spannung lässt sich mit einer elektronischen Schaltung messen. Das Stützloch im Gehäuse des Drucksensors verhindert einerseits, dass die piezoelektrische PVDF-Folie durch einen Überdruck überdehnt wird. Andererseits soll das Loch so klein gewählt werden, dass größere Partikel, die die piezoelektrische PVDF-Folie beschädigen könnten, ferngehalten werden. Die Größe des Stützloches ist nach unten hin dadurch beschränkt, dass kleine Partikel sie nicht verstopfen dürfen. Ein PVDF-Gehäuse kann eine oder mehrere Stützlöcher haben.

Wenn ein Druckwächter für besonders große Drücke ausgelegt werden soll, kann er so konstruiert werden, wie es in Abbildung 7.2 dargestellt ist.

7.1.2 Relativdruckwächter

Die Konstruktion eines Relativdruckwächters ist in Abbildung 7.2 dargestellt. Die PVDF-Folie liegt frei auf dem unteren Teil des Gehäuses oder ist dort aufgeklebt. Die oberen und unteren Teile des Gehäuses sind zusammen geklebt oder verschweißt.

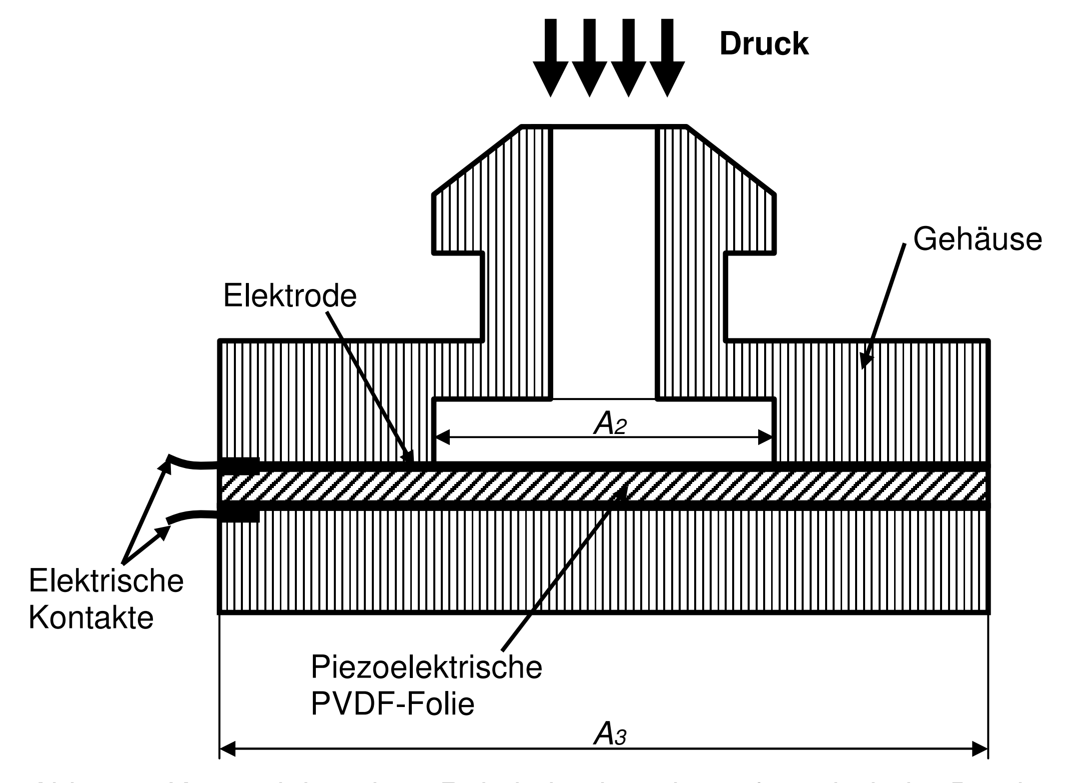


Abb. 7.2: Konstruktion eines Relativdruckwächters für sehr hohe Drucke

Ein Relativdruckwächter mit einer solchen Konstruktion kann viel größeren Druck aushalten als der in Abbildung 7.1 dargestellte Druckwächter. Der Grund dafür ist, dass der angelegte Druck die PVDF-Folie in diesem Druckwächter zusammen

drückt. Die PVDF-Folie kann Kompressionsdrücke bis mehrere GPa aushalten [MSI99]. Zum Vergleich: der in Abbildung 7.1 dargestellte Druckwächter kann nur bis zu einigen MPa funktionieren (vgl. Kapitel 7.2.2). PVDF-Druckwächter mit der in Abbildung 7.2 dargestellten Konstruktion können auch in hydraulischen Anlagen für die Messung sehr hoher Drücke genutzt werden. Der maximale Arbeitsdruck für so einen Druckwächter ist durch die Festigkeit des Gehäuses und nicht durch den maximalen Arbeitsdruckbereich der PVDF-Folie bestimmt.

Nachteilig bei der in Abb. 7.2 gezeigten Konstruktion ist, dass kleine Drücke nicht so gut gemessen werden können, weil der Messeffekt bei dieser Anordnung geringer ausfällt (vgl. Kapitel 7.2.4).

7.2 Berechnung eines Druckwächters aus PVDF-Folien

7.2.1 Berechnung von Ausgangsspannung und Ausgangsladung

Zuerst werden einige Gleichungen zusammengestellt, die für die Berechnung des Drucksensors notwendig sind.

Die elektrische Ladung auf den Oberflächen der PVDF-Folie kann mit Gleichung 7.1 berechnet werden. Gleichung 7.1 wird aus Gleichung 4.2 hergeleitet:

$$Q = A_1 \cdot \sum_{n=1}^{2} d_{3n}\, \sigma_n + A_2\, d_{33}\, \sigma_3 \tag{7.1}$$

Wenn der Stromkreis zwischen den Kontakten auf Ober- und Unterseite der PVDF-Folie offen ist, kann die elektrische Spannung zwischen den beiden elektrischen Kontakten U_0 mit folgender Gleichung berechnet werden:

$$U_0 = \frac{Q}{C_0 + C_{PVDF}} = \frac{A_1 \cdot \sum_{n=1}^{2} d_{3n}\, \sigma_n + A_2\, d_{33}\, \sigma_3}{C_0 + \frac{\varepsilon_\Gamma\, \varepsilon_0\, A_3}{t}} \tag{7.2}$$

Die Gleichungen 7.1 und 7.2 gelten für PVDF-Folien aller Formen, inklusive kreisförmiger und rechteckiger Folien.

Im Folgenden wird für den Fall, dass die Folie sehr dünn ist im Vergleich zu ihrer Auslenkung, die mechanische Spannung in einer PVDF-Folie berechnet, die durch eine Druckdifferenz entsteht, die auf die ganze Fläche der PVDF-Folie wirkt. Aus [Scho98] ergeben sich unter der Voraussetzung, dass die Folie isotrop ist, folgende Gleichungen bezüglich der durch die Dehnung der Folie hervorgerufenen mechanischen Spannung σ_D, der radialen Dehnung ε_R der Folie und dem Druck ΔP, der auf die PVDF-Folie wirkt:

$$\sigma_D = \varepsilon_R \frac{E}{1-\nu^2} \tag{7.3}$$

$$\varepsilon_R = \frac{2}{3} \frac{w_0^2}{R_{L1}^2} \tag{7.4}$$

$$\Delta P = \frac{4\, w_0\, t}{R_{L1}^2} \left(\sigma_V + \frac{2}{3} \frac{w_0^2}{R_{L1}^2} \frac{E}{1-\nu^2} \right) \tag{7.5}$$

Der Ausdruck in der Klammer von Gleichung 7.5 entspricht der gesamten mechanischen Spannung σ in der Folie:

$$\sigma = \sigma_V + \frac{2}{3}\frac{w_0^2}{R_{L1}^2}\frac{E}{1-\nu^2} \tag{7.6}$$

Nach dem Einsetzen der Gleichung 7.6 in Gleichung 7.5 ergibt sich:

$$\Delta P = \frac{4\, w_0\, t}{R_{L1}^2}\sigma \tag{7.7}$$

Gleichung 7.3 kann nach ε_R aufgelöst und dieser Wert in Gleichung 7.4 eingesetzt werden. Gleichung 7.4 kann nach w_0 aufgelöst und dieser Wert in Gleichung 7.7 eingesetzt werden. Aus Gleichung 7.7 ergibt sich dann:

$$\Delta P = \frac{t\,\sigma}{R_{L1}}\sqrt{24\,(\sigma - \sigma_V)\frac{1-\nu^2}{E}} \tag{7.8}$$

$$\sigma_D = \sqrt[3]{\frac{\sigma_0^3}{2} + \frac{\sigma_V^3}{27} + \sqrt{\frac{\sigma_0^3}{2}\left(\frac{\sigma_0^3}{2} + \frac{2\,\sigma_V^2}{27}\right)}} + \sqrt[3]{\frac{\sigma_0^3}{2} + \frac{\sigma_V^3}{27} - \sqrt{\frac{\sigma_0^3}{2}\left(\frac{\sigma_0^3}{2} + \frac{2\,\sigma_V^2}{27}\right)}} - \frac{2\,\sigma_V}{3} \tag{7.9}$$

$$\sigma = \sqrt[3]{\frac{\sigma_0^3}{2} + \frac{\sigma_V^3}{27} + \sqrt{\frac{\sigma_0^3}{2}\left(\frac{\sigma_0^3}{2} + \frac{2\,\sigma_V^2}{27}\right)}} + \sqrt[3]{\frac{\sigma_0^3}{2} + \frac{\sigma_V^3}{27} - \sqrt{\frac{\sigma_0^3}{2}\left(\frac{\sigma_0^3}{2} + \frac{2\,\sigma_V^2}{27}\right)}} + \frac{\sigma_V}{3} \tag{7.10}$$

Die durch die Dehnung der Folie hervorgerufene mechanische Spannung σ_D bei nichtvorhandener Vorspannung der Folie (σ_V = 0) ist gleich der gesamten mechanischen Spannung $\sigma_D = \sigma = \sigma_0$.

$$\sigma_0 = \sqrt[3]{\frac{\Delta P^2\, R_{L1}^2}{24\, t^2}\frac{E}{1-\nu^2}} \tag{7.11}$$

Um die Berechnungen zu vereinfachen wird im weiteren Verlauf dieser Arbeit angenommen, dass die Vorspannung σ_V der Folie viel geringer als die durch die Dehnung der Folie hervorgerufene mechanische Spannung σ_D ist. Dann kann die gesamte mechanische Spannung σ mit der Gleichung 7.11 berechnet werden.

Diese Gleichung ist nur für isotrope Folien gültig. PVDF-Folien sind aber im Allgemeinen anisotrop und haben unterschiedliche Elastizitätsmodule und Querdehnungszahlen für Zugspannungen und Deformationen in unterschiedliche Richtungen. Eine Gleichung für die Berechnung der mechanischen Spannung als Funktion der Druckbelastung ist für anisotrope Membranen nicht vorhanden. Um Gleichung 7.11 auch für PVDF-Folie benutzen zu können, werden die Elastizitätsmodule und Querdehnungszahlen für unterschiedliche Richtungen gemittelt und in Gleichung 7.11 eingesetzt. In Abbildung 4.12 ist zu sehen, dass die Elastizitätsmodule in 1- und 2- Richtung sich um maximal 75 % unterscheiden im Temperaturbereich von - 50 °C bis 121 °C. Die Querdehnungszahlen von PVDF-Folie befinden sich im Bereich von 0,18 bis 0,8 (siehe Tabelle 11.1). Wenn die ungünstigsten Kombinationen von Elastizitätsmodulen und Querdehnungszahlen in Gleichung 7.11 eingesetzt werden, um die maximal und minimal möglichen Werte der mechanischen Spannung σ zu berechnen, kann die Verwendung von Gleichung

7.11 im ungünstigsten Fall bis 120 % Fehler verursachen. Da keine Gleichung für anisotrope Folien vorhanden ist, wird Gleichung 7.11 unter Berücksichtigung der großen möglichen Fehler verwendet.

Die mechanische Spannung in 3-Richtung setzt sich zusammen aus der Spannung, die durch die Querdehnung aufgrund der lateralen Dehnungen entsteht, und der Spannung aufgrund der Druckdifferenz, die über der Folie abfällt:

$$\sigma_3 = 2\,\nu\,\sigma + \Delta P \tag{7.12}$$

Nach Einsetzen von Gleichungen 7.11 und 7.12 in Gleichung 7.1 und unter der Annahme, dass die PVDF-Folie sich nur im Flächenbereich A_1 dehnt, ergibt sich:

$$Q = A_1 \sqrt[3]{\frac{\Delta P^2\, R_{L1}^2}{24\, t^2}\frac{E}{1-\nu^2}}\left(d_{31} + d_{32} + 2\,\nu\, d_{33}\right) + A_2\, d_{33}\,\Delta P \tag{7.13}$$

Nach Einsetzen von Gleichung 7.13 in Gleichung 7.2 ergibt sich:

$$U_0 = \frac{A_1 \sqrt[3]{\frac{\Delta P\, R_{L1}^2}{24\, t^2}\frac{E}{1-\nu^2}}\left(d_{31} + d_{32} + 2\,\nu\, d_{33}\right) + A_2\, d_{33}\,\Delta P}{C_0 + \frac{\varepsilon_\Gamma\,\varepsilon_0\,A_3}{t}} \tag{7.14}$$

Die Ladung auf der Oberfläche einer PVDF-Folie beträgt mit $2{\cdot}R_L = 2{\cdot}R_{L1} = 2{\cdot}R_{L2} = 2{\cdot}R_{L3}$ = 4 mm Durchmesser, t = 28 µm Dicke, ΔP = 100 kPa angelegtem Druck und $d_{31} = 23{\cdot}10^{-12}$ C/N, $d_{32} = 5{\cdot}10^{-12}$ C/N, $d_{33} = -33{\cdot}10^{-12}$ C/N, $E = 2{\cdot}10^{9}$ Pa, ν =0,18:

$$Q \approx 3{,}28 \cdot 10^{-9}\ C$$

Die Leerlaufausgangsspannung über der Folie für $C_0 = 0$ und $\varepsilon_\Gamma = 12$ ist gleich:

$$U_0 \approx 68{,}7\ V$$

Wenn C_0 = 3,3 nF, dann ist $U_0 \approx 0.98$ V.

7.2.2 Berechnung des Berstdruckes

Der Berstdruck ist der Druck, bei welchem die mechanische Spannung in der PVDF-Folie ihre Streckfestigkeit übersteigt. Wenn der Berstdruck erreicht ist, zerreißt die PVDF-Folie. Polarisierte PVDF-Folien haben sehr starke anisotrope Eigenschaften. Die Streckfestigkeit von PVDF-Folien in Querrichtung zur Extrusion der Folie (2-Richtung) ist kleiner als in Längsrichtung (1-Richtung). Deshalb reißen die piezoelektrischen PVDF-Folien bei der Druckerhöhung immer entlang der Querrichtung. Der Berstdruck der gesamten PVDF-Folie wird somit durch den Berstdruck der Folie in Querrichtung bestimmt.

Aus Gleichung 7.8 kann der Berstdruck berechnet werden:

$$\Delta P_{max} = \frac{t\,\sigma_{Y2}}{R_{L1}}\sqrt{24\left(\sigma_{Y2} - \sigma_V\right)\frac{1-\nu^2}{E}} \tag{7.15}$$

Für eine PVDF-Folie mit $2{\cdot}R_{1L}$ = 4 mm Durchmesser, t = 28 µm Dicke und σ_V = 0 Pa Vorspannung (E = 2 GPa, ν = 0,18, σ_{Y2} = 50 MPa) beträgt der Berstdruck:

$\Delta P_{max} \approx 530$ kPa.

Wenn ein Druckwächter Stützlöcher mit $2 \cdot R_{1L}$ = 200 µm Durchmesser hat, dann beträgt der Berstdruck:

$\Delta P_{max} \approx 10{,}7$ MPa.

Der Berstdruck hängt sehr stark von der Temperatur ab, weil die Streckfestigkeit und der Elastizitätsmodul von PVDF-Folien von der Temperatur abhängig sind [Aya97, Vino02a]. Es muss auch berücksichtigt werden, dass piezoelektrische PVDF-Folien wegen ihrer starken anisotropen Eigenschaften in Querrichtung stärker kriechen als in Längsrichtung. Mit dem Kriechen verringern sich die Dicke und evtl. auch die Streckfestigkeit und der Elastizitätsmodul von PVDF-Folien. Das kann zur Veränderung des Berstdruckes führen.

Der Berstdruck für die PVDF-Folie des in Abbildung 7.2 dargestellten Druckwächters beträgt mehrere GPa [MSI99]. Der Berstdruck des gesamten PVDF-Druckwächters wird somit durch die Festigkeit des Gehäuses bestimmt.

7.2.3 Berechnung der Kennlinie eines PVDF-Drucksensors und der Querempfindlichkeit gegenüber Temperaturänderungen

Die Kennlinie eines PVDF-Drucksensors ist die Abhängigkeit der Ausgangsspannung oder der Ausgangsladung vom angelegten Druck. Die Kennlinie eines PVDF-Drucksensors mit dem Spannungsausgangssignal kann mit Gleichung 7.14 beschrieben werden. Die Kennlinie eines PVDF Drucksensors kann vereinfacht so dargestellt werden:

$$U_0 = k_1 \sqrt[3]{\Delta P^2} + k_2 \, \Delta P \tag{7.16}$$

Die Koeffizienten k_1 und k_2 hängen von den Abmessungen, von der Temperatur, vom Druck, vom Kriechen der PVDF-Folien und anderen Einflüssen ab, wie z.B. dem Einfluss von Chemikalien:

$$k_1 = F_1(A_1, A_3, T, \Delta P, \ldots) \tag{7.17}$$

$$k_2 = F_2(A_2, A_3, T, \Delta P, \ldots) \tag{7.18}$$

Die Querempfindlichkeit von Dielektrizitätszahl, Elastizitätsmodul und piezoelektrischen Konstanten der PVDF-Folien gegenüber Temperatur und mechanischer Belastung ist in Kapitel 4 dargestellt. Die Temperatur und Druckabhängigkeit all dieser Parameter wird mit komplexen Gleichungen beschrieben. Deshalb es ist schwierig, die Abhängigkeit der Ausgangsspannung eines Drucksensors von Temperatur und Druck als eine Gleichung darzustellen. Um die Berechnung der Kennlinie eines PVDF Drucksensors zu vereinfachen, wird diese Berechnung mit Hilfe des Programms Excel von Microsoft realisiert.

Es werden dazu die folgenden Konstanten und Gleichungen verwendet:

C_0 = 3,3 nF

$R_{L10} = 2 \cdot 10^{-3}$ m

$t_0 = 28 \cdot 10^{-6}$ m

ν = 0,18

$$t = t_0 (1 + \alpha \cdot \Delta T)$$

$$R_{L1} = R_{L10} (1 + \alpha \cdot \Delta T)$$

$A_1 = A_{10}(1+2\cdot\alpha\cdot\Delta T)$; $A_2 = A_{20}(1+2\cdot\alpha\cdot\Delta T)$; $A_3 = A_{30}(1+2\cdot\alpha\cdot\Delta T)$

Die Dielektrizitätskonstante ε_r ändert sich entsprechend dem Realteil der Dielektrizitätskonstante ε' in Abbildung 4.10. Der Elastizitätsmodul E ändert sich entsprechend den Speichermodulen für die Zugdeformation in 1- und 2-Richtung in Abbildung 4.12

Die piezoelektrischen Module d_{31}, d_{32} und d_{33} ändern sich wie es in Abbildung 4.4 dargestellt ist.

Die Abhängigkeit der piezoelektrischen Koeffizienten von der mechanischen Spannung wird zunächst nicht berücksichtigt.

Die Kennlinien eines PVDF Drucksensors für verschiedene Temperaturen sind mit Hilfe von Excel mit den oben dargestellten Daten berechnet worden. Es wurde dabei angenommen, dass $A_1 = A_2 = A_3$ ist. Diese Kennlinien sind in Abbildung 8.31 zusammen mit den gemessenen Kennlinien dargestellt und werden mit den Messergebnissen verglichen.

7.2.4 Berechnung von Sensorabmessungen

<u>Berechnung für den Sensor in Abbildung 7.1</u>

Gleichung 7.13 zeigt, dass bei einer Verringerung des Sensordurchmessers die Ausgangsladung sinkt. Gleichung 7.13 kann für den Druckwächter in Abbildung 7.1 folgendermaßen vereinfacht werden:

$$Q = A_1 \sqrt[3]{\frac{\Delta P^2\, R_{L1}^2}{24\, t^2} \frac{E}{1-\nu^2}} \left(d_{31} + d_{32} + 2\,\nu\, d_{33}\right) + A_2\, d_{33}\, \Delta P \approx$$

$$\approx A_1 \sqrt[3]{\frac{\Delta P^2\, {R_{L1}}^2}{24\, t^2} \frac{E}{1-\nu^2}} \left(d_{31} + d_{32} + 2\,\nu\, d_{33}\right) \tag{7.19}$$

Aus Gleichung 7.19 ergibt sich:

$$\Delta P = \sqrt{\frac{Q^3}{A_1^3} \frac{24\, t^2}{R_{L1}^2} \frac{1-\nu^2}{E} \frac{1}{\left(d_{31} + d_{32} + 2\,\nu\, d_{33}\right)^3}} = \frac{t}{A_1^2} \sqrt{\frac{24\,\pi\, Q^3}{\frac{E}{1-\nu^2}\left(d_{31} + d_{32} + 2\,\nu\, d_{33}\right)^3}} \tag{7.20}$$

$$\Delta P_{min} = \frac{t}{A_1^2} \sqrt{Q_{min}^3 \frac{24\,\pi}{\frac{E}{1-\nu^2}\left(d_{31} + d_{32} + 2\,\nu\, d_{33}\right)^3}} \tag{7.21}$$

Die minimale Sensorfläche kann aus Gleichung 7.21 berechnet werden:

$$A_{1\,min} = \sqrt{\frac{t}{\Delta P_{min}} \sqrt{Q_{min}^3 \frac{24\,\pi}{\frac{E}{1-\nu^2}\left(d_{31} + d_{32} + 2\,\nu\, d_{33}\right)^3}}} \tag{7.22}$$

Das bedeutet: Soweit die Messelektronik ausreichend empfindlich ist und somit sehr kleine Ladungen messen kann, darf der Drucksensor beliebig kleine Durchmesser haben.

In der Realität beträgt das typische Rauschen, welches kostengünstige Ladungsverstärker erzeugen, im Durchschnitt 0,01 pC. Das bedeutet, dass bei einer kreisförmi-

gen PVDF-Folie mit einem Durchmesser von 4 mm und einer Dicke t = 28 µm der absolute Messfehler wie folgt gegeben ist (Gleichung 7.21):

$$\Delta P_{min} \approx 523 \text{ µPa}$$

Für einen kreisförmigen Sensor aus PVDF-Folie mit einem Durchmesser von 1 mm ist die Sensorempfindlichkeit ungefähr gleich 0,134 Pa.

Da die minimale Schaltschwelle 10 kPa betragen soll und die erforderliche Genauigkeit der Schaltschwelle ±10% (siehe Lastenheft), folgt ΔP_{min} = 1 kPa. Daraus folgt, dass unter ungünstigsten Bedingungen die Sensorfläche nicht kleiner sein darf als (siehe Gleichung 7.22):

$$A_{1\,min} = \sqrt{\frac{t}{\Delta P_{min}} \sqrt{Q_{min}^3 \frac{24\,\pi}{\frac{E}{1-\nu^2}\left(d_{31}+d_{32}+2\,\nu\,d_{33}\right)^3}}} = 9{,}1\cdot 10^{-9}\ m^2$$

Daraus folgt, dass der minimale Durchmesser des Druckwächters ca. 100 µm ist. Schon aus fertigungstechnischen Gründen wird dieses Maß nicht unterschritten werden.

Der Berstdruck für eine Folie mit 100 µm Durchmesser, t = 28 µm Dicke (E = 2 GPa, ν =0,18, σ_{Y2} = 50 MPa, σ_V = 0) kann mit Gleichung 7.15 berechnet werden:

$$\Delta P_{max} = \frac{t\,\sigma_{Y2}}{R_L}\sqrt{24\left(\sigma_{Y2}-\sigma_V\right)\frac{1-\nu^2}{E}} \approx 21 \text{ MPa}$$

Dieser Wert des Berstdruckes ist groß genug. Deshalb braucht ein Druckwächter mit einer Folie mit 100 µm Durchmesser keine zusätzliche Überdruckssicherung (in Form von Stützfolien oder einem Gehäuse mit Stutzlöchern).

Berechnung für den Sensor in Abbildung 7.2

Die Gleichung 7.13 kann für Druckwächter in Abbildung 7.2 folgendermaßen vereinfacht werden (A_1=0):

$$Q = A_2\, d_{33}\, \Delta P \qquad (7.23)$$

Aus Gleichung 7.23 ergibt sich:

$$\Delta P_{min} = \frac{Q_{min}}{A_2\, d_{33}} \qquad (7.24)$$

Das typische Rauschen von ca. 0,01 pC, welches kostengünstige Ladungsverstärker erzeugen, führt für Sensoren mit kreisförmigen PVDF-Folien mit einem Durchmesser von 4 mm zu folgendem Messfehler (Gleichung 7.25):

$$\Delta P_{min} \approx 24 \text{ Pa}$$

Somit beträgt die minimale Sensorfolienfläche:

$$A_{2\,min} = \frac{Q_{min}}{\Delta P_{min}\, d_{33}} \qquad (7.25)$$

Da die minimale Schaltschwelle 10 kPa betragen soll und die erforderliche Genauigkeit der Schaltschwelle ±10% (siehe Lastenheft), folgt ΔP_{min} = 1 kPa. Daraus folgt, dass unter ungünstigsten Bedingungen die Sensorfläche nicht kleiner sein darf als:

$$A_{2min} = \frac{Q_{min}}{\Delta P_{min}\, d_{33}} = 3{,}03 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2$$

Daraus folgt, dass der minimale Durchmesser des Druckwächters ca. 600 µm beträgt. Die Berechnungen in den Kapiteln 7.2.2 und 7.2.4 zeigen, dass der in Abb. 7.2 dargestellte Drucksensor eine niedrigere Empfindlichkeit und einen größeren Berstdruck als der in Abb. 7.1 dargestellte Drucksensor hat.

7.2.5 Berechnung der maximal erlaubten Beschleunigungen

Druckwächter aus PVDF-Folien können z.B. durch Montagearbeiten oder Stöße gegen das Rohrleitungssystem starken Beschleunigungen und Vibrationen ausgesetzt sein. Eine Beschleunigung a_i kann den folgenden maximalen Druck senkrecht zur Oberfläche der PVDF-Folie hervorrufen. Dabei wird angenommen, dass die Länge der Fluidsäule der Abstand zwischen der PVDF-Folie und dem Stützloch im Gehäuse ist. Dabei ist die Fläche des Stützloches sehr gering und somit kann der Einfluss des Fluides hinter dem Stützloch vernachlässigt werden:

$$P = \frac{F_{PVDF} + F_{Fluid}}{A} = \frac{A\, t\, \rho_{PVDF}\, a_i + A\, L_{Fluid}\, \rho_{Fluid}\, a_i}{A} = \left(t\, \rho_{PVDF} + L_{Fluid}\, \rho_{Fluid}\right) a_i \tag{7.26}$$

Angenommen, der erlaubte Messfehler des Druckwächters beträgt ΔP_{min}, dann darf der bei der Beschleunigung verursachte Druck $P_{i\,max}$, nicht größer als ΔP_{min} werden:

$$a_i \leq \frac{\Delta P_{min}}{t\, \rho_{PVDF} + L_{Fluid}\, \rho_{Fluid}} \left[\frac{m}{s^2}\right] = \frac{\Delta P_{min}}{\left(t\, \rho_{PVDF} + L_{Fluid}\, \rho_{Fluid}\right) g} \; [g] \tag{7.27}$$

$$a_{i\,max} = \frac{\Delta P_{min}}{t\, \rho_{PVDF} + L_{Fluid}\, \rho_{Fluid}} \left[\frac{m}{s^2}\right] = \frac{\Delta P_{min}}{\left(t\, \rho_{PVDF} + L_{Fluid}\, \rho_{Fluid}\right) g} \; [g] \tag{7.28}$$

Wenn die minimale Druckschwelle 10 kPa beträgt und die Genauigkeit des Druckwächters 10%, dann muss die Messgenauigkeit des Druckwächters ΔP_{min} mindestens 1 kPa betragen. Dann gilt für t = 28 µm, ρ_{PVDF} = 1780 kg/m^3, L_{Fluid}= 10^{-3} m, ρ_{Fluid} = 1,293 kg/m^3 (Luftdichte unter Normalbedingungen: P_N = 101,3 kPa, T_N = 273,15 K (0 °C)):

$$a_{i\,max} = \frac{\Delta P_{min}}{\left(t\, \rho_{PVDF} + L_{Fluid}\, \rho_{Fluid}\right) g} = \frac{10^3}{\left(28 \cdot 10^{-6} \cdot 1780 + 10^{-3} \cdot 1{,}293\right) \cdot 9{,}80665} \approx 2 \cdot 10^3 \; g$$

Daraus folgt, dass eine Beschleunigung für den Druckwächter keinen Störfaktor darstellt, weil die in den meisten industriellen Anwendungen auftretende Beschleunigungen, nicht größer sind, als es hier berechnet wurde.

Wenn als Fluid Wasser (ρ_{Fluid} = 998 kg/m^3 bei T = 20 °C) verwendet wird, ergibt sich:

$$a_{i\,max} = \frac{\Delta P_{min}}{\left(t\, \rho_{PVDF} + L_{Fluid}\, \rho_{Fluid}\right) g} = \frac{10^3}{\left(28 \cdot 10^{-6} \cdot 1780 + 10^{-3} \cdot 998\right) \cdot 9{,}80665} \approx 97 \; g$$

Dieser Wert der Beschleunigung liegt nicht in den erlaubten Grenzen (siehe Lastenheft). Daraus folgt, dass ein Druckwächter für den Einsatz mit Flüssigkeiten anders konstruiert sein sollte: Das Totvolumen des Drückwächters und die Durchmesser der Stützlöcher sollten möglichst klein sein. Dadurch wird der Wert L_{Fluid} in Gleichung 7.28 geringer und der Wert der maximalen Beschleunigung größer.

Wenn ein Druckwächter einer Vibrationsbeschleunigung ausgesetzt ist und das Frequenzspektrum der Vibrationen sich deutlich vom Frequenzspektrums des Druckes unterscheidet, ist es möglich, anhand eines entsprechenden Filters die Signale, die durch Vibrationen verursacht werden, auszufiltern und damit auch die Messfehler zu minimieren.

7.2.6 Einfluss des Folienwiderstands auf die Messergebnisse

Die PVDF-Folie mit den daran angeschlossenen elektronischen Schaltungen kann vereinfacht als parallele Verschaltung von Kapazitäten und Widerständen dargestellt werden (siehe Abbildung 7.3).

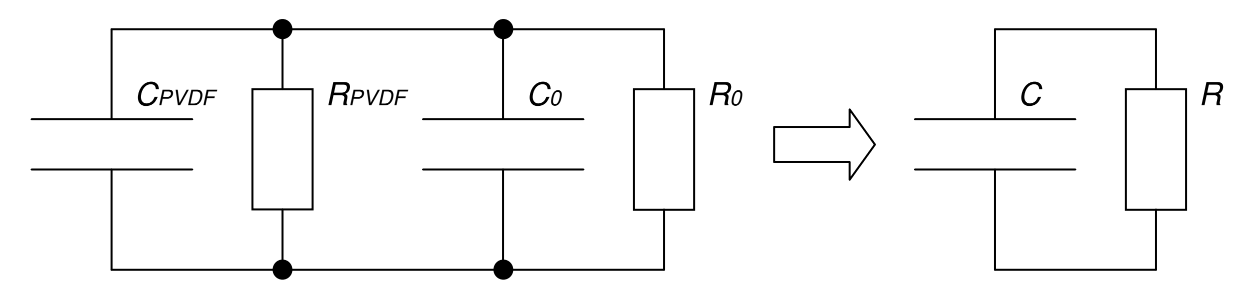


Abb.7.3: Vereinfachte Darstellung einer PVDF-Folie mit elektronischen Schaltungen

$$C = C_{PVDF} + C_0 \tag{7.29}$$

$$R = \frac{R_{PVDF}\, R_0}{R_{PVDF} + R_0} \tag{7.30}$$

Wenn die PVDF-Folie mit einem Druck belastet ist, wird eine elektrische Ladung erzeugt. Diese Ladung steigt im Zeitintervall von 0 bis τ_0 an. Im Folgenden wird berechnet, wie sich die elektrische Ladung mit der Zeit ändert und wie groß die Signalanstiegszeit τ_0 ist.

Berechnung der Signalanstiegszeit τ_0 für hohe Drücke P_1

Ein Ventil wird im Allgemeinen durch seinen pneumatischen Leitwert C_V und sein kritisches Druckverhältnis b_V charakterisiert [Murr99]. Bei realen Ventilen liegt der Wert b_V im Bereich zwischen 0,2 und 0,5. Der Anfangsdruck im PVDF-Druckwächter wird mit P_{02V} bezeichnet. Der Druck an der Hochdruckseite hinter dem Ventil ist $P_{1V} =$ *konst*. Wenn $P_{02V}/P_{1V} < b_V$ ist, wird das Ventil nach dem Öffnen überkritisch durchströmt. Nach dem Anstieg des Druckes auf einer Seite des Druckwächters, wird das Ventil unterkritisch durchströmt. Wenn $P_{1V} >> P_{02V}$, wird das Ventil den größten Teil der Zeit τ_0 überkritisch durchströmt. In diesem Fall können wir annähernd annehmen, dass das Ventil während der ganzen Zeit τ_0 überkritisch durchströmt wird. Der Massenstrom durch das Ventil kann mit folgender Gleichung bestimmt werden [Murr99]:

$$\frac{dm}{d\tau} = C_V P_{1V} \rho_{TN} \sqrt{\frac{T_{TN}}{T_{1V}}} \tag{7.31}$$

Alle Werte auf der rechten Seite der Gleichung 7.31 werden als konstant angenommen. Mit Hilfe der thermischen Zustandsgleichung für ideale Gase, kann die Abhängigkeit des Druckes P_{2V} von der Zeit berechnet werden:

$$P_{2V} V_{2V} = m_{2V}\, R_{TN}\, T_{2V} \tag{7.32}$$

$$m_{02V} = \frac{P_{02V}\, V_{2V}}{R_{TN}\, T_{2V}} \tag{7.33}$$

Aus Gleichungen 7.31, 7.32 und 7.33 ergibt sich:

$$P_{2V} = P_{02V} + \tau \cdot \frac{R_{TN}\, T_{2V}}{V_{2V}} C_V\, P_{1V}\, \rho_{TN} \sqrt{\frac{T_{TN}}{T_{1V}}} \tag{7.34}$$

Da $P_{1V} >> P_{02V}$ folgt aus Gleichung 7.34:

$$P_{2V} \approx \tau \cdot \frac{R_{TN}\, T_{2V}}{V_{2V}} C_V\, P_{1V}\, \rho_{TN} \sqrt{\frac{T_{TN}}{T_{1V}}} \tag{7.35}$$

Aus Gleichung 7.34 ist zu erkennen, dass der Druck P_{2V} linear mit der Zeit zunimmt. Unter Berücksichtigung der Gleichung 7.34 ändert sich die Ausgangsladung Q linear mit der Zeit:

$$\frac{dQ}{d\tau} = k_P \frac{dP_{2V}}{d\tau} \tag{7.36}$$

$$\frac{dP_{2V}}{d\tau} = \frac{R_{TN}\, T_{2V}}{V_{2V}} C_V\, P_{1V}\, \rho_{TN} \sqrt{\frac{T_{TN}}{T_{1V}}} \tag{7.37}$$

$$\frac{dQ}{d\tau} = k_P \frac{R_{TN}\, T_{2V}}{V_{2V}} C_V\, P_{V1}\, \rho_{TN} \sqrt{\frac{T_{TN}}{T_{1V}}} = k_3 \tag{7.38}$$

Die Anstiegsrate der elektrischen Ladung k_3 hängt von der Druckaufbaugeschwindigkeit ab und ist eine Funktion der Zeit. Der Einfachheit halber kann die Anstiegsrate der elektrischen Ladung als konstant angenommen werden:

$$\frac{dQ}{d\tau} = k_3 = konst, \quad für\ \tau = 0\,..\,\tau_0 \tag{7.39}$$

Die Druckanstiegszeit τ_0 vom Druck P_{02V} bis zum Druck P_{1V} kann mit Hilfe von Gleichung 7.35 berechnet werden:

$$\tau_0 \approx \frac{V_{2V} \sqrt{T_{1V}}}{R_{TN}\, T_{2V}\, C_V\, \rho_{TN} \sqrt{T_{TN}}} \approx konst \tag{7.40}$$

Somit kann die Druckanstiegszeit als konstant angenommen werden, wenn $P_{1V} >> P_{02V}$. Wenn diese Ungleichung nicht erfüllt ist, wird die Druckanstiegszeit τ_0 eine Funktion von P_{1V} und P_{02V}. Die Abhängigkeit der Druckanstiegszeit τ_0 von P_{1V} wird in dem nächsten Kapitel experimentell untersucht.

Messung der Signalanstiegszeit τ_0 und der Druckänderung am Drucksensor nach dem Einschalten des Schnellschaltventils

Messungen am Prüfstand haben gezeigt, dass der Druckanstiegszeit am Drucksensor hinter dem Schnellschaltventil V4 eine Funktion der Differenz zwischen dem Druck am Einlass des Schnellschaltventils und dem Anfangsdruck am Drucksensor (P_{02V}) ist. In diesen Experimenten war der Anfangsdruck am Drucksensor immer gleich dem Atmosphärendruck. Der Druck am Einlass des Schnellschaltventils (P_{1V}) ist immer relativ zum Atmosphärendruck gemessen. Z.B. bei P_{1V} = 12 kPa beträgt die Druckanstiegszeit in unseren Messungen ca. 4,5 ms, bei 55 kPa – 8 ms, bei 95 kPa

– 9 ms, bei 180 kPa – 10,5 ms. Bei höheren Druckdifferenzen ist die Änderung der Druckanstiegszeit minimal, deshalb kann die Druckanstiegszeit bei hohen Druckdifferenzen (P_{1V}>>P_{02V}) als annährend konstant angenommen werden. Die Druckänderung am Drucksensor relativ zum Atmosphärendruck wenige Millisekunden nach dem Einschalten des Schnellschaltventils V4 ist in Abbildung 7.4 dargestellt. Die Drucksteigung am Drucksensor mit der Zeit kann als annähernd linear angenommen werden.

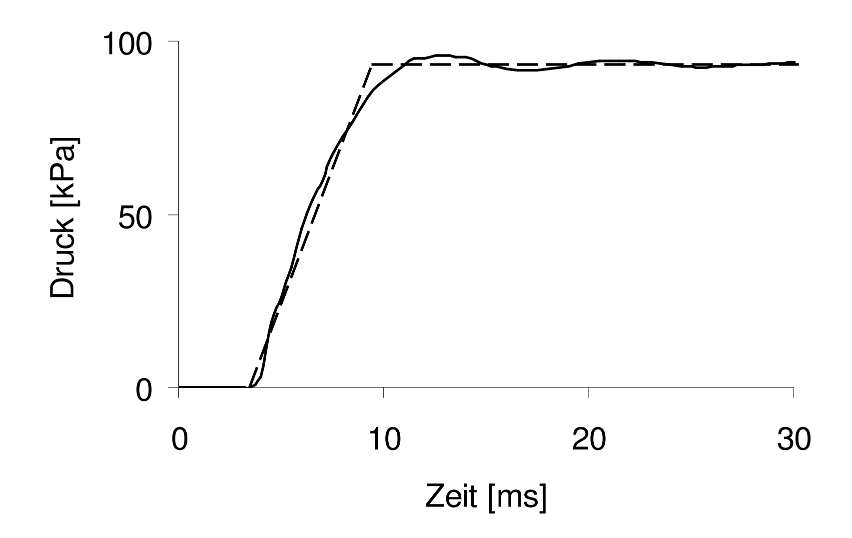


Abb. 7.4: Druckanstieg am Drucksensor mit der Zeit und die Approximation mit Geraden (P_{1V} = 95 kPa)

Relativer Messfehler als Funktion des Widerstandes und der Druckanstiegszeit

Wenn die elektrische Ladung auf der PVDF-Folie nicht über ihren Widerstand abfließt, kann der Verlauf der elektrischen Ladungen auf der Folie annähernd mit folgender Differentialgleichung beschrieben werden (siehe Gleichung 7.39):

$$\begin{cases} \frac{dQ}{d\tau} = k_3\,, & f\ddot{u}r\ \tau = 0..\,\tau_0 \\ \frac{dQ}{d\tau} = 0\,, & f\ddot{u}r\ \tau = \tau_0\,..\,\infty \end{cases} \tag{7.41}$$

Diese Differentialgleichung hat folgende Lösung:

$$\begin{cases} Q = k_3\,\tau\,, & f\ddot{u}r\ \tau = 0..\,\tau_0 \\ Q = Q_{soll\ max}\,, & f\ddot{u}r\ \tau = \tau_0\,..\,\infty \end{cases} \tag{7.42}$$

Hier gilt $Q(0)=0$.

In der Realität fließt elektrische Ladung durch den Widerstand R der Folie ab. Dieser Abfluss von elektrischer Ladung kann mit folgender Gleichung beschrieben werden:

$$\frac{dQ}{d\tau} = i = -\frac{U}{R} = -\frac{Q}{RC} \tag{7.43}$$

Durch Addition der Gleichungen 7.39 und 7.43 bekommt man die Differentialgleichung für den Ladungsaufbau:

$$\frac{dQ}{d\tau} = k_3 - \frac{Q}{RC} \tag{7.44}$$

Aus Gleichung 7.44 folgt:

$$\frac{dQ}{d\tau} + \frac{1}{RC} Q = k_3 \tag{7.45}$$

Gleichung 7.45 gilt für die Zeitperiode von 0 bis τ_0. Für Gleichung 7.45 gilt Q(0)=0. Für die Zeitperiode von τ_0 bis infinitum gilt folgende Differentialgleichung:

$$\frac{dQ}{d\tau} = -\frac{Q}{RC}\text{, oder} \tag{7.46}$$

$$\frac{dQ}{d\tau} + \frac{1}{RC} = 0 \tag{7.47}$$

Für Gleichung 7.47 gilt $Q(0)=Q_{ist\,max}$.

Aus Gleichungen 7.45 und 7.47 folgt, dass der Verlauf der elektrischen Ladung auf der PVDF-Folie mit folgender Gleichung beschreiben werden kann:

$$\begin{cases} \dfrac{dQ}{d\tau} + \dfrac{1}{RC} Q = k_3\,, & f\ddot{u}r\ \tau = 0 .. \tau_0 \\ \dfrac{dQ}{d\tau} + \dfrac{1}{RC}\ Q = 0\,, & f\ddot{u}r\ \tau = \tau_0 .. \infty \end{cases} \tag{7.48}$$

Diese Differentialgleichung hat folgende Lösung:

$$\begin{cases} Q = k_3\, RC\left(1 - e^{-\tau / RC}\right), & f\ddot{u}r\ \tau = 0 .. \tau_0 \\ Q = Q_{ist\,max}\, e^{-(\tau-\tau_0)/RC}, & f\ddot{u}r\ \tau = \tau_0 .. \infty \end{cases} \tag{7.49}$$

Die elektrische Spannung auf der PVDF-Folie ist proportional zur erzeugten Ladung:

$$U = \frac{Q}{C}$$

Der Verlauf von elektrischer Ladung und elektrischer Spannung auf der PVDF-Folie mit der Zeit, wie beschrieben durch die Gleichungen 7.42 und 7.49, ist in Abbildung 7.5 dargestellt. In der Zeit von 0 bis τ_0 steigt der Luftdruck auf die PVDF-Folie und damit steigt die Ausgangsladung der PVDF-Folie. In der Zeit von τ_0 bis infinitum sinken elektrische Ladung und elektrische Spannung, weil keine neue Ladung erzeugt wird, und die vorhandene Ladung über den Widerstand *R* abfließt.

Der Messfehler kann mit folgender Gleichung berechnet werden:

$$\Delta Q = k_3\left(\tau_0 - RC\left(1 - e^{-\tau_0/RC}\right)\right) \tag{7.50}$$

$$\Delta U = \frac{\Delta Q}{C} = \frac{k_3}{C}\left(\tau_0 - RC\left(1 - e^{-\tau_0/RC}\right)\right) \tag{7.51}$$

Die Konstante k_3 kann aus Gleichung 7.42 berechnet werden:

$$k_3 = \frac{Q_{soll\,max}}{\tau_0} \tag{7.52}$$

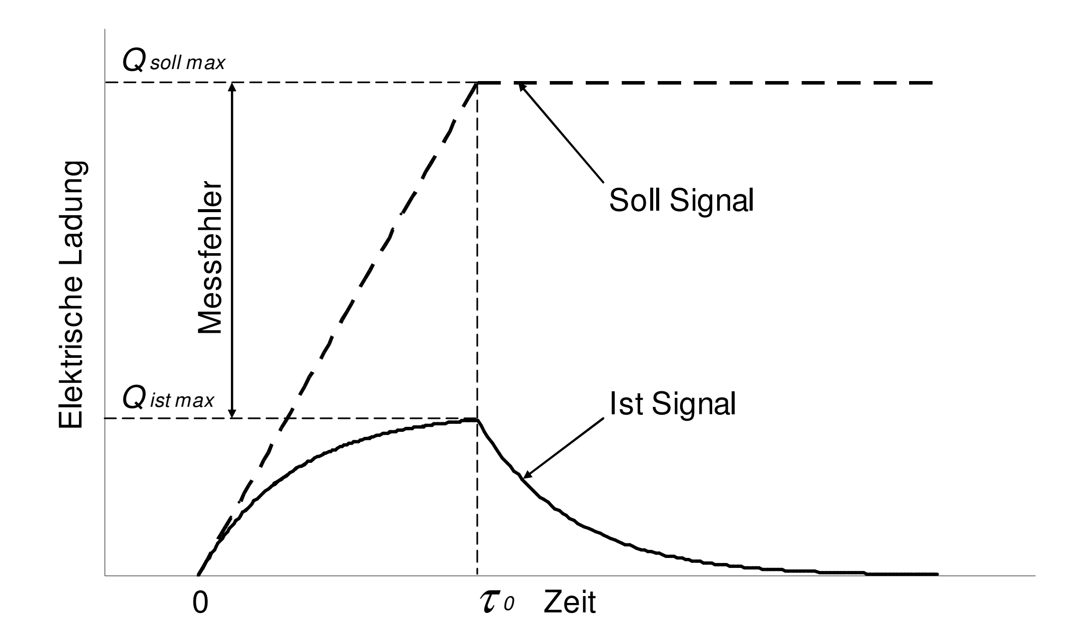


Abb. 7.5: Verlauf der elektrischen Ladung auf einer PVDF-Folie mit der Zeit (mit RC Glied - schwarz und ohne RC Glied - braun)

Aus den Gleichungen 7.50, 7.51 und 7.52 kann der absolute Messfehler berechnet werden:

$$\Delta Q = \frac{Q_{soll\,max}}{\tau_0}\left(\tau_0 - RC\left(1 - e^{-\tau_0/RC}\right)\right) = Q_{soll\,max}\left(1 - \frac{RC}{\tau_0}\left(1 - e^{-\tau_0/RC}\right)\right) \qquad (7.53)$$

$$\Delta U = \frac{Q_{soll\,max}}{C}\left(1 - \frac{RC}{\tau_0}\left(1 - e^{-\tau_0/RC}\right)\right) = U_{soll\,max}\left(1 - \frac{RC}{\tau_0}\left(1 - e^{-\tau_0/RC}\right)\right) \qquad (7.54)$$

Aus Gleichungen 7.53 und 7.54 kann der relative Messfehler berechnen werden:

$$\eta = \frac{\Delta Q}{Q_{soll\,max}} = \frac{\Delta U}{U_{soll\,max}} = 1 - \frac{RC}{\tau_0}\left(1 - e^{-\tau_0/RC}\right) \qquad (7.55)$$

Die Abhängigkeit des relativen Messfehlers von der Zeit des Druckanstiegs τ_0 ist in Abbildung 7.6 links und die Abhängigkeit des relativen Messfehlers vom Widerstand *R* rechts dargestellt.

Aus Gleichung 7.55 folgt, dass die maximale elektrische Ladung und die entsprechende elektrische Spannung auf der PVDF-Folie vom Widerstand *R* und der Schaltzeit τ_0 abhängen (angenommen C = konst). Je kleiner der Widerstand *R* und je größer die Schaltzeit τ_0 ist, desto kleiner sind die Ausgangsladung und die entsprechende Ausgangsspannung und desto größer ist der Messfehler.

Laut Lastenheft darf der relative Messfehler nicht größer als 10% werden. Damit folgt aus Gleichung 7.55:

$$\frac{RC}{\tau_0}\left(1 - e^{-\tau_0/RC}\right) = 0{,}9 \qquad (7.56)$$

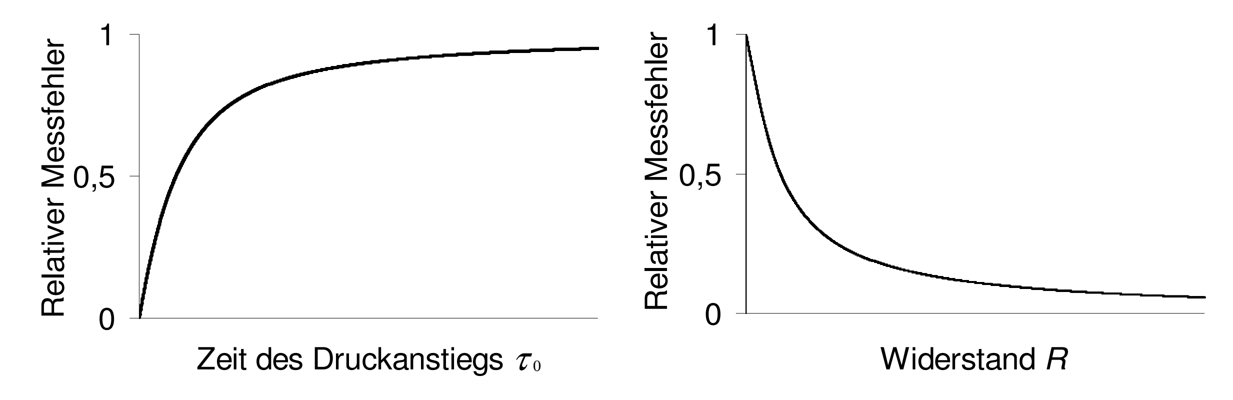


Abb. 7.6: Abhängigkeit des relativen Messfehlers η von der Zeit des Druckanstiegs τ_0 (links) und vom Widerstand R (rechts)

Diese Gleichung wird erfüllt für:

$$\tau_0 \approx 0{,}215 \cdot R\,C \tag{7.57}$$

Dann gelten die folgenden Ungleichungen:

$$\tau_0 \leq 0{,}215 \cdot R\,C \tag{7.58}$$

$$R \geq 4{,}65 \cdot \frac{\tau_0}{C} \tag{7.59}$$

Die Ungleichung 7.59 gilt, wenn der Druck im System nach dem Einschalten des Ventils linear mit der Zeit ansteigt. Wenn der Druck im System nichtlinear mit der Zeit ansteigt (am Anfang schneller und am Ende langsamer), wird über die Zeit τ_0 die gemittelte elektrische Ladung auf der Oberfläche der PVDF-Folie großer, als wenn der Druck linear mit der Zeit ansteigt. Deshalb wird bei solchem nichtlinearen Druckanstieg mehr elektrische Ladung über den Widerstand R abfließen als beim linearen Druckanstieg. Das führt zu einem größeren Messfehler. Deshalb muss der Widerstand R erhöht werden um die Messfehler im 10% Toleranzrahmen zu halten. Es wird erwartet, dass die Erhöhung des Widerstands R um ca. 30 % ausreichend ist, um die oben beschriebene Messfehlersteigung beim nichtlinearen Druckanstieg zu vermeiden. Gleichung 7.59 kann dann wie folgt umgeändert werden:

$$R \geq 6 \cdot \frac{\tau_0}{C} \tag{7.60}$$

Aus Ungleichung 7.60 folgt, dass für eine typische Kapazität C = 3,3 nF und eine Druckanstiegszeit τ_0 = 10 ms der Widerstand R größer als 18,2 MΩ gewählt werden muss.

<u>Einfluss des RC- Gliedes des PVDF- Druckwächters auf die Kenlinie</u>

Aus Gleichung 7.55 folgt, dass das RC-Glied keinen Einfluss auf die Form der Kennlinie des Druckwächters hat, wenn τ_0 = konst. Das ist erfüllt, wenn $P_1 >> P_{02}$. Wenn diese Ungleichung nicht erfüllt ist, wird τ_0 mit steigendem Druck P_1 steigen. Dann wird der relative Messfehler für kleine Drücke klein und für große Drücke groß (siehe Abbildung 7.6 links). Das kann zur Veränderung der Form der Kennlinie führen: Die Ausgangsladung Q und die Ausgangsspannung U des Druckwächters werden bei größeren Drücken stärker sinken als bei kleineren Drücken. Deshalb muss der Wert RC für den Druckwächter so groß wie möglich gewählt werden.

7.3 Wärmeleitfähigkeit der PVDF- Membran

Die Wärmeleitfähigkeit bzw. das Verhalten der Sensormembran auf Temperaturänderungen ist bestimmt durch die Temperatur- und Strömungsgrenzschichten auf beiden Seiten der PVDF-Membran (für den konvektiven Wärmeübergang an die Membran verantwortlich) und die Geometrie und Stoffparameter der Membran (relevant für die Wärmeübertragung in der Membran).

Betrachten wir eine Membran mit der Anfangstemperatur T_0, die mit Luft der Temperatur T_u in Kontakt kommt. Wenn von einer Temperatur des Körpers gesprochen wird, so ist die kalorische Mitteltemperatur gemeint, die man als integralen Mittelwert über das gesamte Volumen berechnet. T_0 ist die kalorische Mitteltemperatur der Membran zum Zeitpunkt $\tau = 0$. Die kalorische Mitteltemperatur der Membran nach dem Temperaturausgleich zwischen Membran und Umgebung ist T_∞. Wenn die Umgebungstemperatur auf beiden Seiten der Membran gleich T_u ist, gilt: $T_\infty = T_u$.

Die konvektiven Wärmeübergangskoeffizienten (Wärmedurchgangskoeffizienten) sind strömungsfallabhängig und können für nicht strömende Fluide konservativ zu $\alpha_w = 6\ W/(m^2K)$ abgeschätzt werden [Voge97]. Die Membran selbst besitzt eine Wärmeleitfähigkeit von $\lambda = 0{,}1\ W/(mK)$ bei einer Dicke von $t = 28\ \mu m$ (siehe Tabelle 11.1). Obwohl die Silbertintenbeschichtung 12 µm beträgt und deshalb ein Einfluss auf die Folienerwärmung hat, wird sie hier nicht berücksichtigt. Die Rechnung liefert damit eine untere Schranke für die Erwärmungszeit bzw. eine obere Schranke für die Temperaturänderung der PVDF-Folie. Eine beidseitige Beschichtung mit Gold auf Platin, die alternativ zur Silbertintenbeschichtung benutzt wird, hat eine extrem kleine Dicke von 140 nm und im Vergleich zu PVDF eine hohe Wärmeleitfähigkeit. Sie kann deshalb vernachlässigt werden.

Im Folgenden wird eine Abschätzung über die zeitliche Erwärmung der Membran unter der Bedingung einer anzugleichenden anfänglichen Temperaturdifferenz ($\Delta T(\tau = 0) = T_\infty - T_0$) zwischen Membran und druckluftseitiger Umgebung durchgeführt. Die Temperatur gilt als angeglichen, sobald die Temperaturdifferenz noch 1% des Anfangswerts beträgt (($\Delta T(\tau) = T_\infty - T(\tau) = 0{,}01 \bullet \Delta T(\tau = 0)$)). In dieser Zeit ändert sich die Membrantemperatur um: $\Delta T_m = T(\tau) - T_0$. Damit ergibt sich:

$$\Delta T(\tau) = T_\infty - T(\tau) = T_\infty - T_0 - \left(T(\tau) - T_0\right) = \Delta T(\tau = 0) - \Delta T_m \qquad (7.61)$$

Die Abschätzung findet nach [Knee04, Mart95, Merk99] unter der Vorraussetzung einer hohen Wärmeübertragung in der Membran im Vergleich zum konvektiven Wärmeübergang an die Membran statt. Die zeitliche Dynamik des Temperaturausgleichs wird in diesem Fall durch den Wärmetransport zur Membran dominiert. Charakteristische Kennzahl dafür ist die Biot-Zahl, die beide Transportmechanismen ins Verhältnis zueinander setzt ($\alpha_w = 6\ W/(m^2K)$, $\lambda = 0{,}1\ W/(mK)$, $L_c = 28\ \mu m$):

$$Bi = \frac{\alpha_w L_c}{\lambda} = 1{,}68 \cdot 10^{-3} << 1 \qquad (7.62)$$

Diese Vorraussetzung ist aufgrund der dünnen Membran selbst für Luftströmungen mit hohen Wärmeübergangskoeffizienten von $\alpha_w = 100\ W/(m^2K)$ erfüllt.

Charakteristische Kennzahl für die instationäre Temperaturentwicklung ist die Fourier-Zahl:

$$Fo = \frac{a_T \tau}{L_c^2} \qquad (7.63)$$

L_c bezeichnet hier die charakteristische Länge der PVDF-Folie. Wenn die PVDF-Folie nur von einer Seite erwärmt wird, gilt:

$$L_c = 2 \cdot t \tag{7.64}$$

Wenn die PVDF-Folie von beiden Seite erwärmt wird, gilt:

$$L_c = t \tag{7.65}$$

Die Temperaturleitzahl oder die Temperaturleitfähigkeit a_T kann man mit folgender Gleichung berechnen:

$$a_T = \frac{\lambda}{\rho_{PVDF} \cdot C_W} \tag{7.66}$$

Der Temperaturausgleich erfolgt dann nach Gleichung 7.67:

$$\frac{\Delta T(\tau)}{\Delta T(\tau = 0)} = e^{-2 \cdot Bi \cdot Fo} \tag{7.67}$$

Die Fourier-Zahl ergibt sich nach Gleichung 7.67 unter o.a. Vorrausetzungen zu:

$$Fo = \frac{1}{2 \cdot Bi} \cdot ln \frac{1}{\frac{\Delta T(\tau)}{\Delta T(\tau=0)}} = \frac{1}{2 \cdot Bi} \cdot ln \frac{\Delta T(\tau = 0)}{\Delta T(\tau)} \tag{7.68}$$

Damit ergibt sich nach Gleichungen 7.62, 7.63 und 7.66 die Temperaturausgleichs-zeit zu:

$$\tau = \frac{L_c^2}{a_T} \cdot \frac{1}{2 \cdot Bi} \cdot ln \frac{\Delta T(\tau = 0)}{\Delta T(\tau)} = \frac{L_c^2 \, \rho_{PVDF} \, C_W}{\lambda} \frac{\lambda}{2 \alpha_w \, L_c} \, ln \frac{\Delta T(\tau = 0)}{\Delta T(\tau)} =$$

$$= \frac{\rho_{PVDF} \, C_W \, L_c}{2 \alpha_w} \, ln \frac{\Delta T(\tau = 0)}{\Delta T(\tau)} \tag{7.69}$$

Wenn die PVDF-Folie nur von einer Seite erwärmt wird, ergibt sich nach Gleichungen 7.64 und 7.69:

$$\tau = \frac{\rho_{PVDF} \, C_W \, t}{\alpha_w} \, ln \frac{\Delta T(\tau = 0)}{\Delta T(\tau)} \tag{7.70}$$

Wenn die PVDF-Folie von beiden Seiten erwärmt wird, ergibt sich nach Gleichung 7.65 und 7.69:

$$\tau = \frac{\rho_{PVDF} \, C_W \, t}{2 \alpha_w} \, ln \frac{\Delta T(\tau = 0)}{\Delta T(\tau)} \tag{7.71}$$

Nach Gleichung 7.70 ergibt sich eine Temperaturausgleichszeit auf 1% der ursprünglichen Temperaturdifferenz zu (Wärmekapazität *C_W = 1200 J/(kgK)*, Dichte *ρ_{PVDF} = 1780 kg/m^3*, Membrandicke t = 28 µm, Wärmeübergangskoeffizient *α_w = 6 W/(m^{2}K))*:

$$\tau = \frac{1780 \cdot 1200 \cdot 28 \cdot 10^{-6}}{6} \, ln \frac{100\%}{1\%} \approx 46 \text{ s.}$$

Die Temperaturausgleichszeit auf 50% der ursprünglichen Temperaturdifferenz ergibt sich nach Gleichung 7.70 zu:

$$\tau = \frac{1780 \cdot 1200 \cdot 28 \cdot 10^{-6}}{6} \, ln \frac{100\%}{50\%} \approx 7 \text{ s.}$$

Aus Gleichungen 7.61 und 7.70 folgt:

$$\frac{\Delta T_m}{\Delta T(\tau = 0)} = 1 - e^{-\frac{\alpha_w}{\rho_{PVDF} \, c_W \, t} \cdot \tau} \tag{7.72}$$

Die Temperaturausgleichszeit der PVDF-Membran an die Umgebungstemperatur ist aufgrund der geringen Membranstärke gering. Es muss aber berücksichtigt werden, dass es in einem Druckwächter zwischen der PVDF-Folie und der heißen Luft eine Luftsäule mit der Temperatur T_0 gibt. Die Wärme muss durch diese Luftsäule propagieren um die PVDF-Folie zu erreichen. Aus diesem Grund wird die Temperaturausgleichszeit der PVDF-Folie im Druckwächter größer sein als oben berechnet. Diese Temperaturausgleichszeit hängt von der Konstruktion des Druckwächters und von der Länge der Leitungen, welche den Druckwächter mit der pneumatischen Schaltung verbinden, ab. Die Temperaturausgleichzeit wird auch wegen der Metallbeschichtung der PVDF-Folie größer sein als berechnet.

7.4 Genauigkeit der Schaltschwelle

Externe und interne Störfaktoren beeinflussen die Genauigkeit der Schaltschwelle des Druckwächters. Dazu gehören u.a. die Messgenauigkeit, das Rauschen elektronischer Schaltungen, Änderung in den Umgebungs- und Mediumstemperaturen, Alterung und Kriechen der PVDF-Folie, Einfluss infraroter Strahlung, Vibrationen und Beschleunigungen. Die theoretische Untersuchung von Kriechen und Alterung der PVDF-Folie hätte den Rahmen der vorliegenden Arbeit gesprengt. Der Einfluss von Kriechen und Alterung auf das Ausgangssignal wurde in Kapiteln 8.4.1 und 8.5 experimentell untersucht.

Der relative Messfehler χ lässt sich mit der folgenden Gleichung berechnen:

$$\chi = \frac{\Delta U}{U_0} 100\,\% \cong \frac{\Delta P_{min}}{P} 100\,\% \tag{7.73}$$

7.4.1 Einfluss des elektronischen Rauschens des Messverstärkers

Das Rauschen, das durch die elektronische Schaltung des Druckwächters verursacht wird, führt zu einem absoluten Messfehler des Drucks des in Abbildung 7.1 dargestellten Druckwächters (Gl. 7.21):

$$\Delta P_{min} = \frac{t}{A_1^2} \sqrt{Q_{min}^3 \frac{24\,\pi}{\frac{E}{1-\nu^2}\left(d_{31} + d_{32} + 2\,\nu\, d_{33}\right)^3}}$$

Daraus lässt sich der relative Messfehler mit folgender Gleichung berechnen:

$$\chi_E = \frac{\Delta P_{min}}{P} 100\% = \frac{100\,t}{A_1^2\;P} \sqrt{Q_{min}^3 \frac{24\,\pi}{\frac{E}{1-\nu^2}\left(d_{31} + d_{32} + 2\,\nu\, d_{33}\right)^3}}\;\% \tag{7.74}$$

Bei einer kreisförmigen PVDF-Folie mit einem Durchmesser von 4 mm, einer Dicke von 28 µm und einer Schaltschwelle P = 10 kPa, beträgt der relative Messfehler

(Q_{min} = 0,01 pC, d_{31} = 23·10^{-12} C/N, d_{32} = 5·10^{-12} C/N, d_{33} = -33·10^{-12} C/N, E = 2·10^{9} Pa, ν = 0,18):

$$\chi_E \approx 5{,}2 \cdot 10^{-6}\ \%$$

Für den in Abbildung 7.2 dargestellten Druckwächter gilt (siehe Gleichungen 7.24):

$$\Delta P_{min} = \frac{Q_{min}}{A_2\, d_{33}}$$

Daraus lässt sich der relative Messfehler mit folgender Gleichung berechnen:

$$\chi_E = \frac{\Delta P_{min}}{P} 100\% = \frac{100\, Q_{min}}{A_2\ d_{33}\ P}\ \% \tag{7.75}$$

Bei einer kreisförmigen PVDF-Folie mit einem Durchmesser von 4 mm, und einer Schaltschwelle P = 10 kPa, beträgt der relative Messfehler:

$$\chi_E \approx 0{,}24\ \%$$

Die Berechnungen zeigen, dass der durch das elektronische Rauschen verursachte Messfehler gering ist und deswegen vernachlässigt werden kann.

7.4.2 Einfluss des pyroelektrischen Effekts

Die Änderung in der Ausgangsspannung, welche durch eine schnelle Temperaturschwankung verursacht wird, kann unter Berücksichtigung der Gleichung 4.6 wie folgt berechnet werden:

$$\Delta U = \frac{Q}{C_0 + C_{PVDF}} = \frac{p_3\ \Delta T\ A_2}{C_0 + \dfrac{\varepsilon_0\ \varepsilon_\Gamma\ A_3}{t}} \tag{7.76}$$

<u>Druckwächter in Abbildung 7.1</u>

Die Ausgangsspannung eines in Abbildung 7.1 dargestellten PVDF-Druckwächters kann mit folgender Gleichung berechnet werden (Gl. 7.14):

$$U_0 = \frac{A_1 \sqrt[3]{\dfrac{\Delta P^2\ R_{L1}{}^2}{24\, t^2}\ \dfrac{E}{1-\nu^2}}\ \left(d_{31} + d_{32} + 2\,\nu\, d_{33}\right) + A_2\, d_{33}\ \Delta P}{C_0 + \dfrac{\varepsilon_\Gamma\ \varepsilon_0\ A_3}{t}}$$

Aus den Gleichungen 7.14, 7.73 und 7.76 ergibt sich (A_1 = A_2, d_{31} = 23·10^{-12} C/N, d_{32} = 5·10^{-12} C/N, d_{33} = -33·10^{-12} C/N, E = 2·10^{9} Pa, ν = 0,18, p_3 = 30·10^{-6} C/m^{2}K):

$$\chi_P = \frac{\Delta U}{U_0} 100\ \% = \frac{100\ \% \cdot p_3\ \Delta T\ A_2}{A_1 \sqrt[3]{\dfrac{\Delta P^2\ R_{L1}{}^2}{24\, t^2}\ \dfrac{E}{1-\nu^2}}\ \left(d_{31} + d_{32} + 2\,\nu\, d_{33}\right) + A_2\, d_{33}\ \Delta P} \tag{7.77}$$

Der relative Messfehler soll laut Lastenheft weniger als 10 % betragen, dann gilt:

$$\frac{100\,\%\cdot p_3\ \Delta T\ A_2}{A_1 \sqrt[3]{\frac{\Delta P^2\ R_{L1}{}^2}{24\,t^2}\frac{E}{1-\nu^2}}\left(d_{31}+d_{32}+2\,\nu\,d_{33}\right)+A_2\,d_{33}\ \Delta P} \le 10\,\% \qquad (7.78)$$

Aus der Ungleichung 7.78 folgt:

$$\Delta T \le \frac{A_1 \sqrt[3]{\frac{\Delta P^2\ R_{L1}{}^2}{24\,t^2}\frac{E}{1-\nu^2}}\left(d_{31}+d_{32}+2\,\nu\,d_{33}\right)+A_2\,d_{33}\ \Delta P}{10\cdot p_3\ A_2} \qquad (7.79)$$

Aus Ungleichung 7.79 folgt, dass z.B. bei einer Schaltschwelle von 100 kPa in dem Zeitintervall, in welchem die Druckmessung stattfindet, die Temperaturänderung ΔT nicht mehr als 0,87 °C betragen darf (für PVDF-Folie mit 28 µm Dicke und 4 mm Durchmesser der Sensorfläche). Wenn die Druckmesszeit 100 ms beträgt, kann die maximale erlaubte Temperaturdifferenz zwischen der PVDF-Folie und der Druckluft mit Gleichung 7.72 berechnet werden:

$$\Delta T(\,\tau=0\,) = \frac{\Delta T_m}{1-e^{-\frac{\alpha_w}{\rho_{PVDF}\ C_W\ t}\cdot\tau}} = \frac{0{,}87}{1-e^{-\frac{6\cdot 0{,}1}{1780\cdot 1200\cdot 28\cdot 10^{-6}}}} \approx 87\ \text{°C}. \qquad (7.80)$$

Das heißt, wenn die Druckschwelle eines Druckwächters 100 kPa und die Messzeit 100 ms betragen, darf der Temperaturunterschied zwischen der Luft im Druckwächter und der PVDF-Folie nicht mehr als 87 °C betragen. Diese Anforderung ist für die meisten Anwendungen des Druckwächters erfüllt. Deshalb braucht so ein Druckwächter keine Kompensation von dynamischen Temperaturänderungen, welche durch den pyroelektrischen Effekt eine Ausgangsspannung verursachen.

Wenn ein Druckwächter eine Messzeit von viel mehr als 100 ms oder eine Schaltschwelle hat, die viel kleiner ist als 100 kPa, so wird der Temperaturunterschied zwischen PVDF-Folie und Luft einen großen Einfluss auf die Messgenauigkeit haben. In diesem Fall sollte ein PVDF-Druckwächter mit einem Temperatursensor für die Kompensation des pyroelektrischen Verhaltens der PVDF-Folie ausgestattet werden.

Druckwächter aus Abbildung 7.2

Die Ausgangsspannung eines in Abbildung 7.2 dargestellten PVDF-Druckwächters kann mit folgender Gleichung berechnet werden (Gl. 7.14 für $A_1 = 0$):

$$U_0 = \frac{A_2\,d_{33}\ \Delta P}{C_0 + \frac{\varepsilon_\Gamma\ \varepsilon_0\ A_3}{t}} \qquad (7.81)$$

Aus den Gleichungen 7.73, 7.76 und 7.81 ergibt sich (d_{33} = $-33\cdot 10^{-12}$ C/N, $p_3 = 30\cdot 10^{-6}$ C/m^{2}K):

$$\chi_P = \frac{\Delta U}{U_0}\,100\,\% = \frac{p_3\ \Delta T}{d_{33}\ \Delta P}\,100\,\% \qquad (7.82)$$

Der relative Messfehler soll laut Lastenheft weniger als 10 % betragen, damit gilt für den Druckwächter:

$$\chi_P = \frac{p_3\ \Delta T}{d_{33}\ \Delta P}\ 100\ \% \leq 10\ \% \tag{7.83}$$

Aus der Ungleichung 7.83 folgt

$$\Delta T \leq \frac{d_{33}\ \Delta P}{10 \cdot p_3} \tag{7.84}$$

Aus der Ungleichung 7.84 folgt, dass z.B. bei einer Schaltschwelle von 100 kPa in dem Zeitintervall, in welchen die Druckmessung statt findet, die Temperaturänderung ΔT nicht mehr als $1{,}1 \cdot 10^{-2}$ °C betragen darf. Wenn die Druckmesszeit 100 ms beträgt, kann die maximale erlaubte Temperaturdifferenz zwischen der PVDF-Folie und der Druckluft mit Gleichung 7.72 berechnet werden:

$$\Delta T(\tau = 0) = \frac{\Delta T_m}{1 - e^{-\frac{\alpha_w}{\rho_{PVDF}\ C_W\ t} \cdot \tau}} = \frac{1.1 \cdot 10^{-2}}{1 - e^{-\frac{6 \cdot 0{,}1}{1780 \cdot 1200 \cdot 28 \cdot 10^{-6}}}} \approx 1{,}1\ \text{°C} \tag{7.85}$$

Das heißt, wenn die Druckschwelle eines Druckwächters 100 kPa und die Messzeit 100 ms betragen, darf der Temperaturunterschied zwischen der Luft im Druckwächter und der PVDF-Folie nicht mehr als 1,1 °C betragen. Die Temperatur des Fluids kann sich aber um mehr als 1,1 °C von der Temperatur des Druckwächters unterscheiden. Daraus folgt, dass für solche Druckwächter eine Temperaturkompensation unbedingt erforderlich ist.

7.4.3 Einflüsse von weiteren Faktoren

PVDF-Folien erzeugen elektrische Ladungen und eine entsprechende elektrische Spannung, wenn Infrarot-Strahlung auf sie wirkt. Deshalb muss ein Druckwächter vor Infrarot-Strahlung abgeschirmt werden, weil sie starke Änderungen in der Ausgangsspannung verursachen kann.

Die statische Temperatur hat einen erheblichen Einfluss auf die Genauigkeit der Schaltschwelle, weil sich mit der Temperatur die piezoelektrischen Module und die mechanischen Eigenschaften von piezoelektrischen PVDF-Folien ändern. Um die Genauigkeit der Schaltschwelle innerhalb von 10 % halten zu können, muss der Druckwächter mit einem zusätzlichen Temperatursensor ausgestattet werden.

Die oben dargestellten Berechnungen zeigen, dass die relative Genauigkeit der Schaltschwelle unter 10 % gehalten werden kann, vorausgesetzt, dass der Druckwächter über eine Temperaturkompensation verfügt.

7.5 PVDF-Folie für die Temperaturkompensation

7.5.1 Anforderungen an die Messgenauigkeit des Temperatursensors

In den Kapiteln 7.4.2 und 7.4.3 wird festgestellt, dass eine Temperaturkompensation notwendig ist, um die Anforderungen des Lastenheftes erfüllen zu können. Die Temperaturkompensation kann entweder mit herkömmlichen kostengünstigen Temperatursensoren oder mit einer weiteren PVDF-Folie realisiert werden.

Ein Temperatursensor muss folgende Anforderungen erfüllen:

1) er muss eine ausreichende Messgenauigkeit haben und

2) die Temperaturausgleichszeit des Temperatursensors muss mit derjenigen der druckmessenden PVDF-Folie übereinstimmen.

Die Messgenauigkeit des Temperatursensors

Wenn parallel zur PVDF-Folie eine sehr große Kapazität (viel größer als die Kapazität der PVDF-Folie) angeschlossen wird, haben die piezoelektrischen Module d_{31}, d_{32} und d_{33} Einfluss auf die Messergebnisse. Wenn keine Kapazität parallel zur PVDF-Folie angeschlossen wird, und $A_2 \approx A_3$, haben die Piezospannungskonstanten g_{31}, g_{32} und g_{33} Einfluss auf die Messergebnisse (siehe Gleichungen 4.5, 7.13 und 7.14).

Im ersten Fall kann die erforderliche Messgenauigkeit des Temperatursensors aus den Abbildungen 4.4 und 4.5 bestimmt werden. In diesen Abbildungen ändern sich die piezoelektrischen Module d_{31}, d_{32} und d_{33} im ungünstigsten Fall um 10% bei einer Temperaturänderung um ca. 3,5 °C. Daraus folgt, dass um die ±10 % Messgenauigkeit erreichen zu können, die Temperatur mit einer Genauigkeit von ±3,5 °C gemessen werden muss. Viele kostengünstige Temperatursensoren haben diese Messgenauigkeit.

Im zweiten Fall kann die erforderliche Messgenauigkeit des Temperatursensors aus Abbildung 4.5 bestimmt werden. In Abbildung 4.5 ändert sich der Piezospannungskonstante g_{31} um ca. 10 % bei einer Temperaturänderung von ca. 15 °C. Daraus folgt, dass die Temperatur mit einer Genauigkeit von ±15 °C gemessen werden muss, um ±10 % Messgenauigkeit erreichen zu können.

Die Änderung des Elastizitätsmodul mit der Temperatur ist viel geringer als die Änderung der piezoelektrischen Module und sie geht in die entgegen gesetzte Richtung (siehe Abbildung 4.12 und Gleichungen 7.13, 7.14). Deshalb darf die Messgenauigkeit des Temperatursensors geringer sein als oben berechnet ist.

Messgenauigkeit für dynamische Temperaturänderungen

Wie schon oben erwähnt wurde, soll die Temperaturausgleichszeit des Temperatursensors genauso groß sein wie diejenige der druckmessenden PVDF-Folie. Das ist wichtig, weil nur in diesen Fall eine zufrieden stellende Kompensation erreicht werden kann. Da die PVDF-Folie pyroelektrische Eigenschaften hat, muss die Temperatur am Anfang und am Ende der Druckmessung gemessen werden, um den durch die Temperaturänderung hervorgerufenen Messfehler zu korrigieren.

In Kapitel 7.4.2 wurde schon berechnet, dass für den in Abbildung 7.1 dargestellten Druckwächter mit einer Schaltschwelle von 100 kPa in dem Zeitintervall, in welchen die Druckmessung statt findet (hier 100 ms), die Temperaturänderung ΔT nicht mehr als 0,87 °C betragen darf. Alle größeren Temperaturänderungen müssen kompensiert werden. Das bedeutet, dass für einen in Abbildung 7.1 dargestellten PVDF-Druckwächter mit einer Druckschwelle von 100 kPa die Messgenauigkeit des Temperatursensors nicht mehr als ±0,4 °C betragen darf (Temperaturkompensation ist nur dann notwendig, wenn der Temperaturunterschied zwischen der Luft und den Druckwächter mehr als 87°C beträgt). Für größere Schaltschwellen darf die Messgenauigkeit mehr als ±0,4 °C betragen.

Für den in Abbildung 7.2 dargestellten Druckwächter mit einer Druckschwelle von 100 kPa darf die Messgenauigkeit des Temperatursensors nicht mehr als ca. $\pm 5 \cdot 10^{-3}$ °C betragen (siehe Kapitel 7.4.2). Eine solche Messgenauigkeit kann mit herkömmlichen kostengünstigen Temperatursensoren nicht realisiert werden. Deshalb müsste die minimale Druckschwelle auf 10 MPa gesetzt werden. Eine Temperatur-

kompensation erscheint hier aussichtslos, weil sich so geringe Temperaturunterschiede leicht zwischen der druckmessenden Folie und dem Temperatursensor einstellen können.

7.5.2 Temperatursensor aus PVDF-Folie

PVDF-Folie kann nicht nur als Drucksensor, sondern auch als Temperatursensor eingesetzt werden. Eine PVDF-Folie kann sowohl statische Temperaturen als auch dynamische Temperaturänderungen messen. Die Messung von statischen Temperaturen kann aufgrund der Änderung der Kapazität der PVDF-Folie mit der Temperatur realisiert werden (siehe Abbildung 4.9). Die Messung von dynamischen Temperaturänderungen kann aufgrund der pyroelektrischen Eigenschaften der PVDF-Folie realisiert werden (siehe Kapitel 4.1.2).

Die Dicke der PVDF-Folie sollte so gewählt werden, dass die Temperaturausgleichszeit der temperaturmessenden PVDF-Folie gleich derjenigen der druckmessenden PVDF-Folie ist.

Messung von statischen Temperaturen

Die Abhängigkeit der Kapazität einer PVDF-Folie von der Temperatur ist in Abbildung 4.9 dargestellt. Sie hängt nichtlinear von der Temperatur ab. Aus Abbildung 4.9 folgt, dass die Messung der Kapazität mit ±1% Messgenauigkeit im ungünstigsten Fall (im Temperaturbereich von -40 °C bis +80 °C) einer Temperaturmessgenauigkeit von ca. ±3,5 °C entspricht. Diese Temperaturmessgenauigkeit ist ausreichend, um die Druckmessgenauigkeit von ±10 % zu erreichen (siehe Kapitel 7.5.1). Es ist aber nicht einfach, in einen Temperaturbereich von -40 °C bis +80 °C (die Messelektronik wird auch diesen Temperaturen ausgesetzt) eine Messgenauigkeit von ±1 % zu erreichen, weil die Kapazität der PVDF-Folie nichtlinear von der Temperatur abhängt und weil die Werte von Widerständen und anderen elektronischen Elementen sich in diesem Temperaturbereich stark ändern. Deshalb erscheint eine kostengünstige Temperaturmessung (Der Preis der elektronischen Schaltung sollte kleiner als 1 € sein.) mit Hilfe von PVDF-Folien beim gegenwärtigen Stand der elektronischen Technik nicht möglich zu sein.

Messung von dynamischen Temperaturänderungen

Wenn die Temperaturausgleichszeiten der temperaturmessenden und der druckmessenden PVDF-Folien gleich sind, erzeugen beide PVDF-Folien zur Temperaturänderung proportionale Spannungen. Die Spannung der temperaturmessenden PVDF-Folie kann verstärkt und von der Spannung der druckmessenden PVDF-Folie subtrahiert werden.

Unter der Annahme, dass das elektronische Rauschen von kostengünstigen Verstärkern Q_{min} = 0,01 pC beträgt, ergibt sich der Temperaturmessfehler einer kreisförmigen PVDF-Folie mit $2 \cdot R_L$ = 4 mm Durchmesser (siehe Gleichung 4.6):

$$\Delta T_{min} = \frac{Q_{min}}{p_3 \ A} = \frac{Q_{min}}{\pi \ p_3 \ R_L^2} \approx 2{,}7 \cdot 10^{-5} \ ^\circ\mathrm{C} \qquad (7.86)$$

Ein Temperatursensor mit solch einem Messfehler ist für die dynamische Temperaturkompensation aller Typen von PVDF-Druckwächter ausreichend.

Zusammenfassend kann folgendes gesagt werden: Der in Abbildung 7.1 dargestellte Druckwächter braucht keinen genauen Temperatursensor, um im Temperaturbereich

von -40 °C bis +80 °C gemäß Lastenheft zu funktionieren. Wenn der Temperaturunterschied zwischen Fluid und Druckwächter sehr groß ist (z.B. mehr als 87 °C für einen PVDF-Druckwächter mit 28 µm dicker PVDF-Folie, 4 mm Durchmesser, 100 kPa Druckschwelle und 100 ms Druckmesszeit), muss entweder ein Temperatursensor mit besserer Messgenauigkeit eingesetzt werden, oder zusätzlich noch eine PVDF-Folie für die Messung von Temperaturänderungen verwendet werden.

Der in Abbildung 7.2 dargestellte Druckwächter braucht zwei Temperatursensoren: Eine PVDF-Folie für die Messung von Temperaturänderungen und einen nicht sehr genauen Temperatursensor. Wenn die Druckschwelle eines PVDF-Druckwächters mehr als 10 MPa beträgt, ist die PVDF-Folie für die Kompensation von dynamischen Temperaturänderungen nicht unbedingt erforderlich.

7.6 Elektronische Messschaltung für die Druckwächter

Das Blockdiagramm der elektronischen Schaltungen für Druckwächter auf der Basis von PVDF-Folien ist in Abbildung 7.7 dargestellt. Diese elektronische Schaltung besteht aus folgenden Komponenten: dem Steuersignalgenerator, dem elektronischen Schalter, dem Temperatursensor, dem Verstärker mit Temperaturkompensation und dem Komparator.

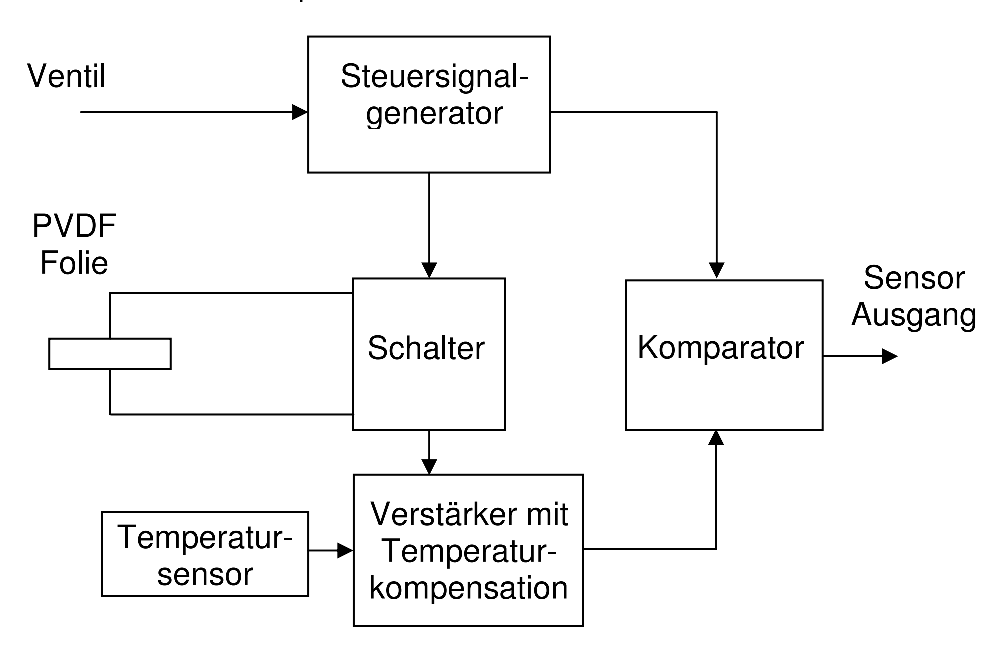


Abb. 7.7: Blockdiagramm der elektronischen Schaltungen für Druckwächter auf der Basis von PVDF-Folien

Das Ausgangssignal des Temperatursensors, bzw. des NTC-Widerstandes wurde, wie in Abbildung 7.7 gezeigt, dazu verwendet, die Verstärkung der Elektronik zu regeln, sodass sich nach der Verstärkung ein nahezu von der Temperatur unabhängiges Ausgangssignal für die Messung von Druckänderungen ergab (Abb. 7.8).

Eine weitere wichtige Funktion der elektronischen Schaltung ist die Einstellung der Zeitintervalle, in denen das Signal der piezoelektrischen PVDF-Folie gemessen wird, und das Kurzschließen der PVDF-Folie in allen anderen Zeitintervallen. Dazu ist zwischen dem Verstärker und der PVDF-Folie ein Schalter angebracht, der durch das Signal eines Steuersignalgenerators betätigt wird. So kann das Sensorsignal abhängig von der elektronischen Schaltung entweder a) immer während des Betriebs des Ventils gemessen werden, b) nur kurz nach dem Einschalten und nach dem

Ausschalten des Ventils gemessen werden oder c) sowohl kurz nach dem Ein- und Ausschalten des Ventils als auch zwischen den Schaltvorgängen mit dazwischen liegenden Kurzschließungen der PVDF-Folie, die das Sensorsignal vor jeder Messung auf Null setzen. Das erhöht die Messgenauigkeit und Fehlertoleranz der Messungen. In Abbildung 7.9 ist oben das Steuersignal des Ventils dargestellt und darunter sind beispielhaft zwei mögliche Verläufe des Steuersignals für den Schalter gezeigt.

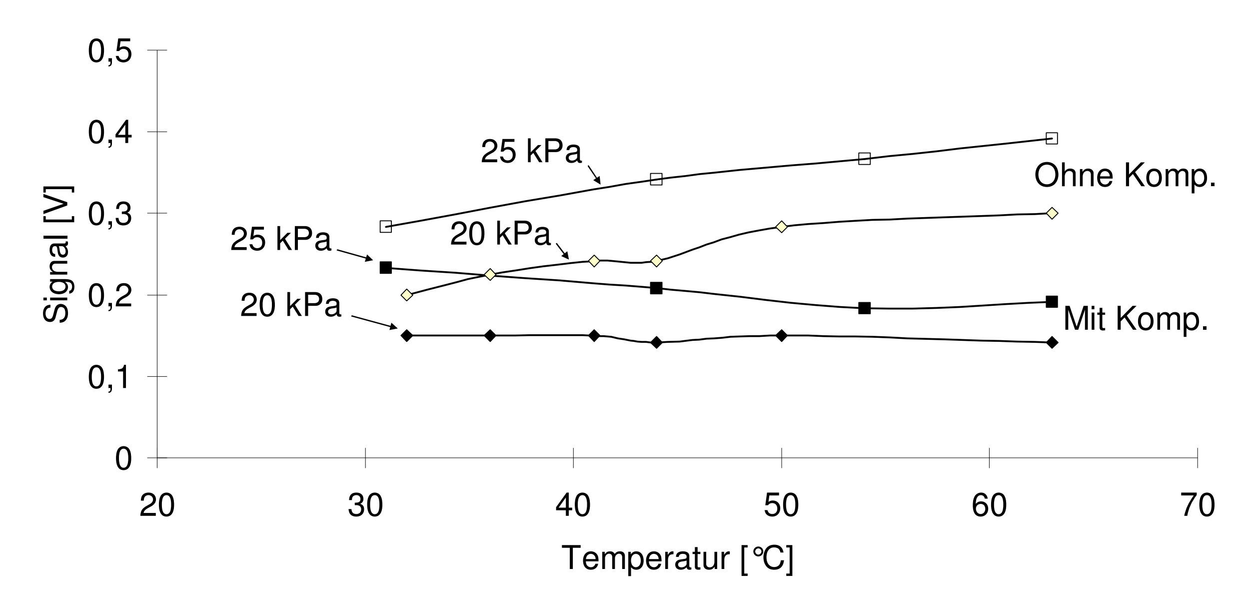


Abb. 7.8: Ausgangssignal eines PVDF-Drucksensors mit und ohne Temperaturkompensation

Wenn das Steuersignal für den Schalter hoch ist, findet die Messung statt, wenn es niedrig ist, wird die PVDF-Folie kurzgeschlossen. Wenn keine Betriebsstörung des Ventils vorliegt, wird es mit einem hohen Steuersignal geöffnet und schließt bei einem niedrigen Signal. Solange das Steuersignal für das Ventil niedrig ist, schließt der Schalter die PVDF-Folie kurz. Wenn das Steuersignal für das Ventil verändert wird, öffnet der Schalter für eine bestimmte Zeit τ_1 bzw. τ_4 und das Signal der PVDF-Folie liegt am Verstärker an. Danach schließt der Schalter die PVDF-Folie wieder kurz. Wenn innerhalb der Zeit τ_1 bzw. τ_4 eine Veränderung der elektrischen Spannung zwischen den Elektroden der PVDF-Folie eintritt, wird sie mit dem Verstärker um einem Faktor, der von der Temperatur abhängig ist, verstärkt und der Komparator stellt fest, ob das so erzeugte Signal größer ist als eine vom Steuersignalgenerator vorgegebene Schwelle. Wenn das verstärkte Signal der PVDF-Folie die Schwelle überschreitet, wird am Sensorausgang das richtige Funktionieren des Ventils angezeigt. Andernfalls wird eine Fehlfunktion angezeigt.

Es ist auch möglich, wie im unteren Teil von Abbildung 7.9 gezeigt, den Steuersignalgenerator so einzustellen, dass nach dem Signal für das Öffnen des Ventils in der Zeit τ_1 überprüft wird, ob das Ventil wirklich geöffnet hat. Danach wird die PVDF-Folie für die Zeit τ_2 kurzgeschlossen um anschließend die elektrische Spannung der PVDF-Folie solange auf eine Überschreitung der vorgegebenen Schwelle zu überwachen, bis das Ventil wieder geschlossen wird. Auf diese Weise kann neben dem Schalten des Ventils auch überwacht werden, ob das Ventil wieder verschlossen wird, ohne dass sich das Steuersignal für das Ventil geändert hätte, dies könnte einerseits durch ein Versagen des Ventils und andererseits durch eine plötzlich

auftretende Verstopfung etwa durch Partikel, die in einer Flüssigkeit mitgeführt werden, zustande kommen.

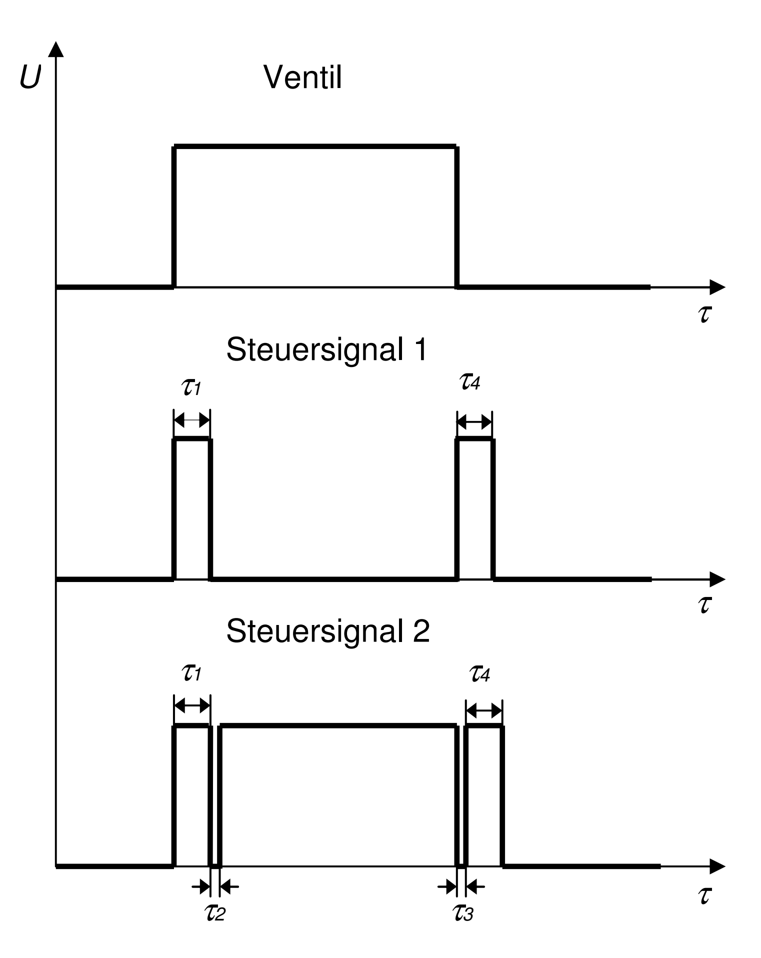


Abb.7.9: Steuersignale für die elektronischen Schaltungen für Druckwächter auf der Basis von PVDF-Folien

Auf ähnliche Weise kann auch überwacht werden, ob das Ventil während der Zeit, in der es geschlossen sein soll, wirklich geschlossen bleibt. Dazu sollte die piezoelektrische PVDF-Folie nach jedem beabsichtigten Schließen des Ventils und dem Verstreichen der Messzeit τ_1 für eine kurze Zeit τ_2 / τ_3 kurzgeschlossen werden, damit sichergestellt ist, dass die Überwachung des geschlossenen Ventilzustands nicht durch das vorangegangene, beabsichtigte Schließen beeinträchtigt wird.

Ebenso ist es möglich, vor der Überprüfung jedes Schaltvorganges, der durch einen Wechsel im Steuersignal für das Ventil ausgelöst wird, die PVDF-Folie für eine kurze Zeit τ_3 kurzzuschließen. So wird sichergestellt, dass es zu keiner Überlagerung von Änderungen der elektrischen Spannung zwischen den Elektroden der PVDF-Folie, die auftreten, während das Ventil geöffnet bzw. geschlossen ist, und Änderungen, die beim Schaltvorgang auftreten, kommt. Die Zeit τ_3 muss in diesem Fall viel kürzer sein als die Schaltzeit des Ventils. So kann z.B. eine Zeit τ_3, die kleiner ist als 1 ms, verwendet werden, wenn die Schaltzeit des Ventils 10 ms oder mehr beträgt. Auch die oben erwähnte Zeit τ_2 braucht nur 1 ms oder weniger zu betragen.

8 Test der Drucksensoren

8.1 Ermittlung der Kennlinie des PVDF-Drucksensors

Die Kennlinie eines PVDF-Drucksensors wird mit Hilfe des in Kapitel 5.1 dargestellten Prüfstands gemessen. Die Messung wird in folgender Weise durchgeführt: Druckluft wird dem PVDF-Drucksensor durch ein Schnellschaltventil zugeführt. Dadurch steigt der Relativdruck auf den Drucksensor von 0 auf P_j kPa innerhalb von 15 bis 40 ms. Wegen der Druckbelastung erzeugt der PVDF-Drucksensor eine Ausgangsspannung. Diese Ausgangsspannung wird 256 oder 1000-mal pro Sekunde gemessen und im PC gespeichert. Das Schnellschaltventil wird 300 ms geöffnet. Danach wird es geschlossen und der Relativdruck am PVDF-Drucksensor sinkt wieder von P_j auf 0 kPa. Danach wird ein neuer Druck P_{j+1} im System eingestellt und das Schnellschaltventil wird wieder für die Dauer von 300 ms geöffnet. Die Ausgangsspannung des PVDF-Drucksensors wird bei allen Drücken zwischen 0 und 200 kPa in 10 kPa Intervallen gemessen.

8.1.1 Signalauswertung

Abbildung 8.1 zeigt eine Übersicht der errechneten Auswertegrößen anhand des gemessenen Signals von PVDF-, Referenzdrucksensor und vom Schnellschaltventil. An jeder Art Eingangssignal werden dabei dieselben Auswertungen vorgenommen, wobei nur bestimmte Auswertegrößen bei der Kennlinienerstellung verwendet werden (siehe Kapitel 8.1.2)

Gespeichert werden die Messdaten in Feldern. Der Zugriff auf den Feldinhalt erfolgt über den Feldindex, wobei bei einer Abtastrate von 1 kHz der Differenz zwischen zwei Feldindices eine zeitliche Differenz von 1 ms zugeordnet werden kann.

Von den gemessenen Signalen S werden die Feldindices bei steigender und fallender Signalflanke des Schnellschaltventils (j_{ein}, j_{aus}) sowie die zugehörigen Signalwerte ($S(j_{ein} - 1)$, $S(j_{aus})$) ermittelt. Die Aufnahme des Messwertes bei steigender Signalflanke $S(j_{ein} - 1)$ erfolgt aufgrund von geringfügigen Asynchronitäten des Ein-/ Ausschaltsignals des Schnellschaltventils einen Feldindex vorher.

Ferner wird vom untersuchten Signal das Maximum während der Druckbelastung ermittelt ($max(S)$).

Im Signalbereich von 60 % bis 90 % der tatsächlichen Dauer der Druckbeaufschlagung ($j_{aus} - j_{ein}$) durch das Schnellschaltventil wird eine Mittelwertbildung durchgeführt (Gleichung 8.1). Die prozentualen Mittelungsgrenzen sind einstellbar, die errechneten Indexgrenzen werden auf ganze Zahlen gerundet.

$$\overline{S} = \frac{1}{j'' - j' + 1} \cdot \sum_{j=j'}^{j''} S(j) \quad \text{mit: } j' = j_{ein} + 0{,}6 \cdot (j_{aus} - j_{ein});\; j'' = j_{ein} + 0{,}9 \cdot (j_{aus} - j_{ein}) \qquad (8.1)$$

Errechnet werden ferner die Signaländerungen von Maximum und Mittelwert verglichen mit den Anfangswerten bei Druckbeaufschlagung:

$$\hat{S}\,|_{01} = |max(S) - S(j_{ein} - 1)| \qquad (8.2)$$

$$\overline{S}\,|_{01} = |\overline{S} - S(j_{ein} - 1)| \qquad (8.3)$$

Die Auswertegrößen werden im Kennliniendiagramm aufgetragen (siehe Kapitel 8.1.2).

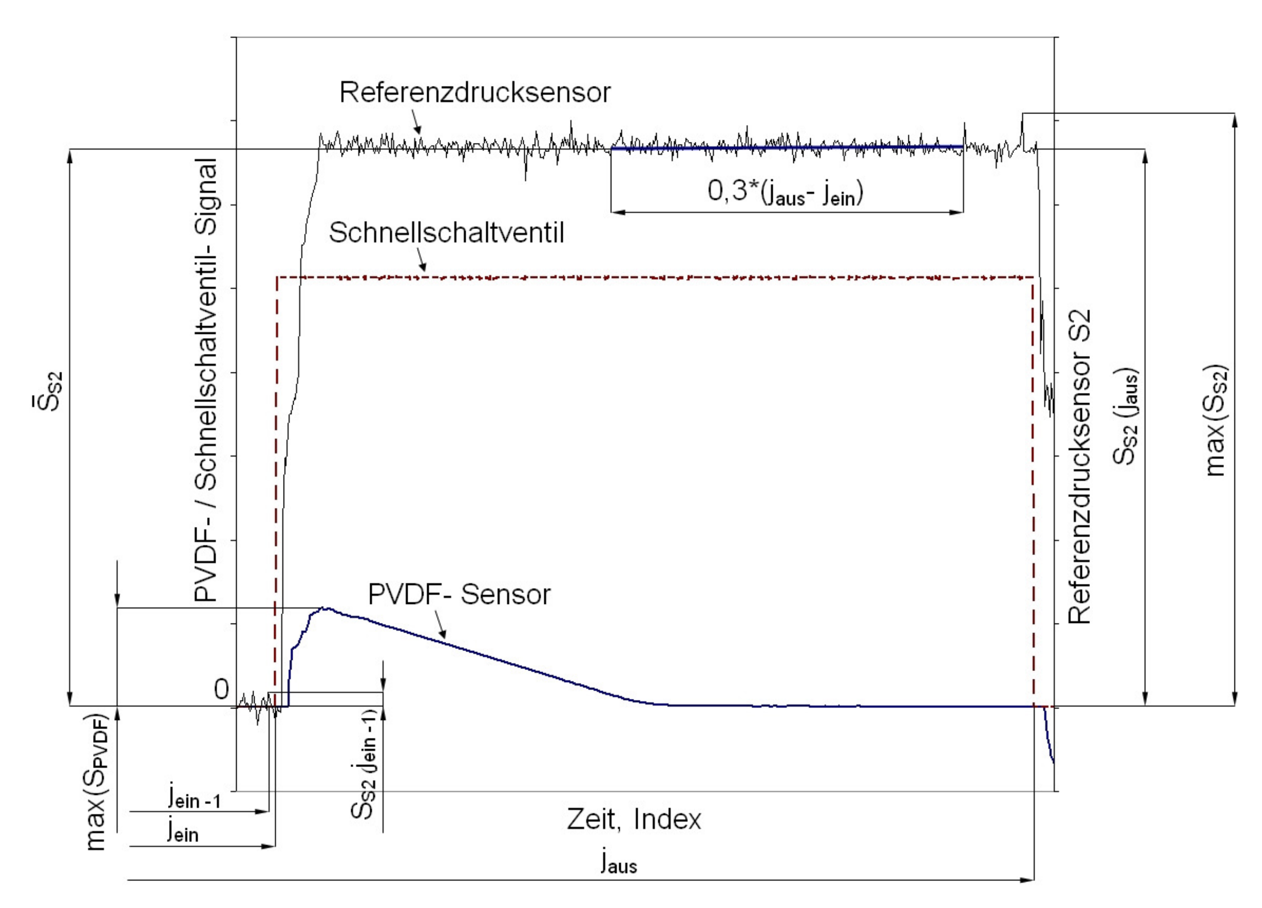


Abb. 8.1: Auswertegrößen der Signalauswertung (Auswahl).

8.1.2 Kennlinien

Im Kennliniendiagramm wird das Ausgangssignal des zu testenden PVDF-Sensors über dem Signal des Referenzdrucksensors S2 aufgetragen. Die Aussagen über die Kennlinie des PVDF-Sensors sind dabei abhängig von der Genauigkeit und Qualität des Referenzsignals. Um Verfälschungen diesbezüglich zu minimierten, wird vor den Messungen eine Kalibrierung des Referenzsensors durchgeführt (siehe Kapitel 5.1.5). Im Kennliniendiagramm werden aus der Signalauswertung ermittelte Größen aufgetragen.

Das Signal des Referenzdrucksensors wurde während des Kalibriervorgangs bei nicht vorhandener Druckdifferenz auf ein 0 kPa Ausgangssignal abgebildet. Bei dem um einen konstanten Wert schwankendem Signal des Referenzdrucksensors wird die Mittelungsgröße aus Gleichung 8.1 als Abszissenwert im Sensordiagramm verwendet.

Beim PVDF-Sensor überlagern sich Signalauf- und -abbau. Gleichzeitig gibt es keine zuverlässige Nulllinie. Deshalb wird die Signaländerung aus Gleichung 8.2 bei Druckbelastung im Diagramm als Ordinatenwert aufgetragen.

Einzelne Messwerte werden über Interpolationsverfahren in eine Messkurve überführt. In Abbildung 8.2 ist eine solche Messwertaufnahme mit Ausgleichskurve als Kennlinie schematisch dargestellt (Ist- Kurve).

Der Wertebereich von Referenz- und PVDF-Drucksensorsignal (ΔP_{ref}, ΔS_{PVDF}) wird im Folgenden als Spanne bezeichnet. Die Signalausgabe bei Nenndruck wird auch als FSO (Full Scale Output) bezeichnet.

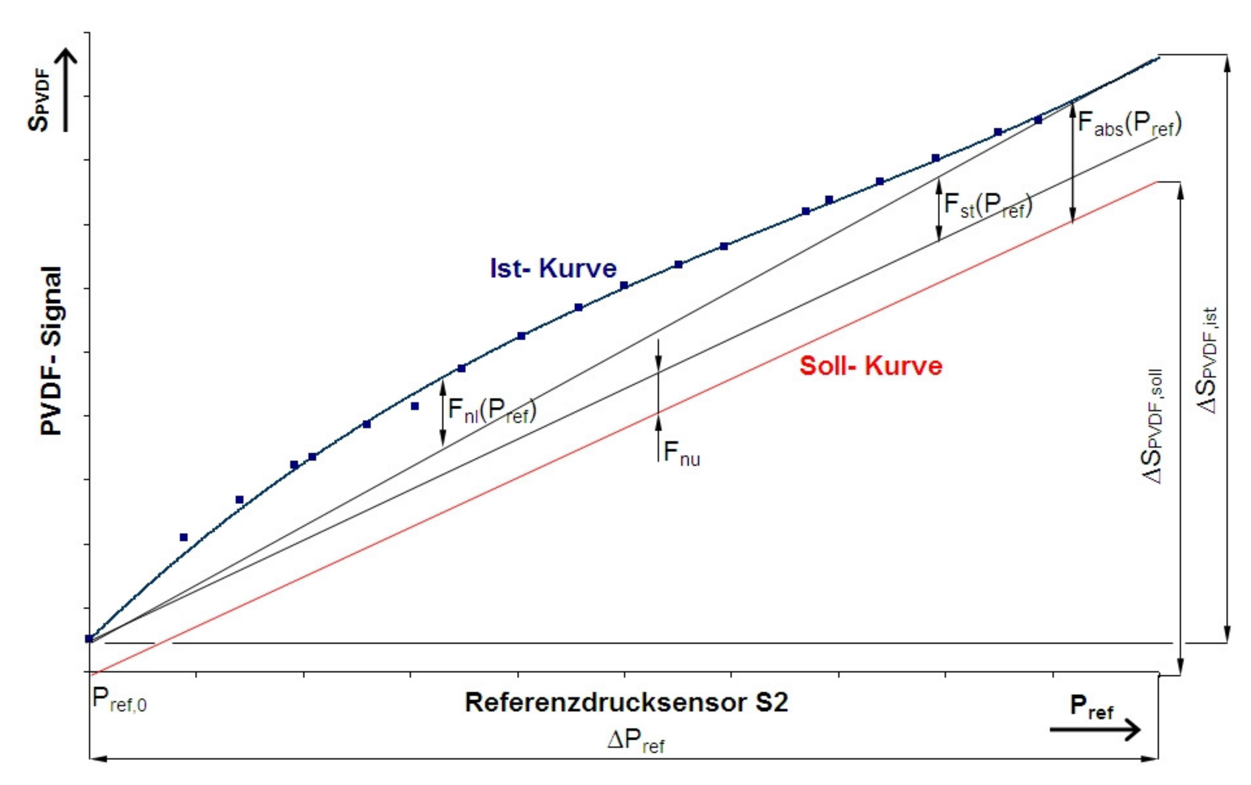


Abb. 8.2: Charakteristisches Sensordiagramm mit Fehleranteilen.

Bei der Herstellung von Sensoren kommt es zu Exemplarstreuung, abweichenden Charakteristiken von Sensoren gleicher Bauart. Ferner entspricht die reale Kennlinie (Ist-Kurve) nicht einer idealen Kennlinie (Soll-Kurve), welche linear ist und durch den Nullpunkt geht. Die Soll-Kurve entspricht der erwünschten reprodozierbaren Sensorcharakteristik. Ihr Verlauf ist somit eine Frage eigener Definition. Reale Kennlinien werden dabei aufgrund von idealen Kennlinien unter Berücksichtigung von Fehleranteilen bewertet. Diese Fehleranteile [Trän92], sind klassifizierbar in kompensierbare Fehler wie Nullpunktfehler, Steigungsfehler und Linearitätsfehler. Nicht oder nur schwer kompensierbare Fehler sind Hysteresefehler und eine zeitliche Drift des Signals (Alterung).

Die folgende Bewertung stammt aus [Trän92]. Fehler werden entweder absolut oder relativ zu einem Bezugspunkt definiert, hier relativ zur Soll-Signalspanne bei Nenndruck:

$$F_{abs}\left(P_{ref}\right) = S_{PVDF,ist}\left(P_{ref}\right) - S_{PVDF,soll}\left(P_{ref}\right) \tag{8.4}$$

$$F_{rel}\left(P_{ref}\right) = \frac{S_{PVDF,ist}\left(P_{ref}\right) - S_{PVDF,soll}\left(P_{ref}\right)}{\Delta S_{PVDF,soll}} \cdot 100\% \tag{8.5}$$

Analog zu Gleichung 8.4 setzt sich die Ist-Kennlinie aus der Soll-Kennlinie und den absoluten Fehleranteilen zusammen:

$$S_{PVDF,ist}\left(P_{ref}\right) = S_{PVDF,soll}\left(P_{ref}\right) + F_{abs}\left(P_{ref}\right) \tag{8.6}$$

Wobei der absolute Fehler sich aus den Fehleranteilen Nullpunktfehler, Steigungsfehler und Linearitätsfehler zusammensetzt:

$$F_{abs}\left(P_{ref}\right) = F_{nu} + F_{st}\left(P_{ref}\right) + F_{nl}\left(P_{ref}\right) \tag{8.7}$$

Der Nullpunktfehler ist die Differenz, die zwischen Ist- und Sollkurve am Referenzpunkt $P_{ref,0}$ auftritt, üblicherweise ohne Druckdifferenz:

$$F_{nu} = S_{PVDF,ist}\left(P_{ref,0}\right) - S_{PVDF,soll}\left(P_{ref,0}\right) \tag{8.8}$$

Entsprechend berechnet sich der Steigungsfehler zu:

$$F_{st}\left(P_{ref}\right) = \left(\Delta S_{PVDF,ist} - \Delta S_{PVDF,soll}\right) \cdot \frac{P_{ref} - P_{ref,0}}{\Delta P_{ref}} \tag{8.9}$$

Der verbleibende Linearitätsfehler $F_{nl}(P_{ref})$ ist abhängig vom nicht-linearen Verlauf der Ist-Kurve. Es gibt verschiedene Methoden zur Darstellung der Linearität eines Sensors und zur Auslegung von Ausgleichsgeraden [Trän92]. In der vorliegenden Arbeit wird die Ausgleichsgerade (AG) so ausgewählt, dass sie durch den Nullpunkt geht und die maximale Differenz zwischen den jeweiligen Punkten der Ausgleichsgeraden und der Ist- Kurve minimal ist. Der Linearitätsfehler wird, wie in Abb. 8.3 dargestellt, als maximale Differenz zwischen der Ist-Kurve und der Ausgleichsgerade definiert (siehe Gleichung 8.10). Der relative Linearitätsfehler kann mit Gleichung 8.11 berechnet werden:

$$F_{nl}\left(P_{ref}\right) = \pm\, max\left(S_{PVDF,ist}\left(P_{ref}\right) - S_{AG}\left(P_{ref}\right)\right) \tag{8.10}$$

$$F_{nl,\,rel} = \pm \frac{max\left(S_{PVDF,\,ist}\left(P_{ref}\right) - S_{AG}\left(P_{ref}\right)\right)}{\Delta S_{AG}} \cdot 100\% \tag{8.11}$$

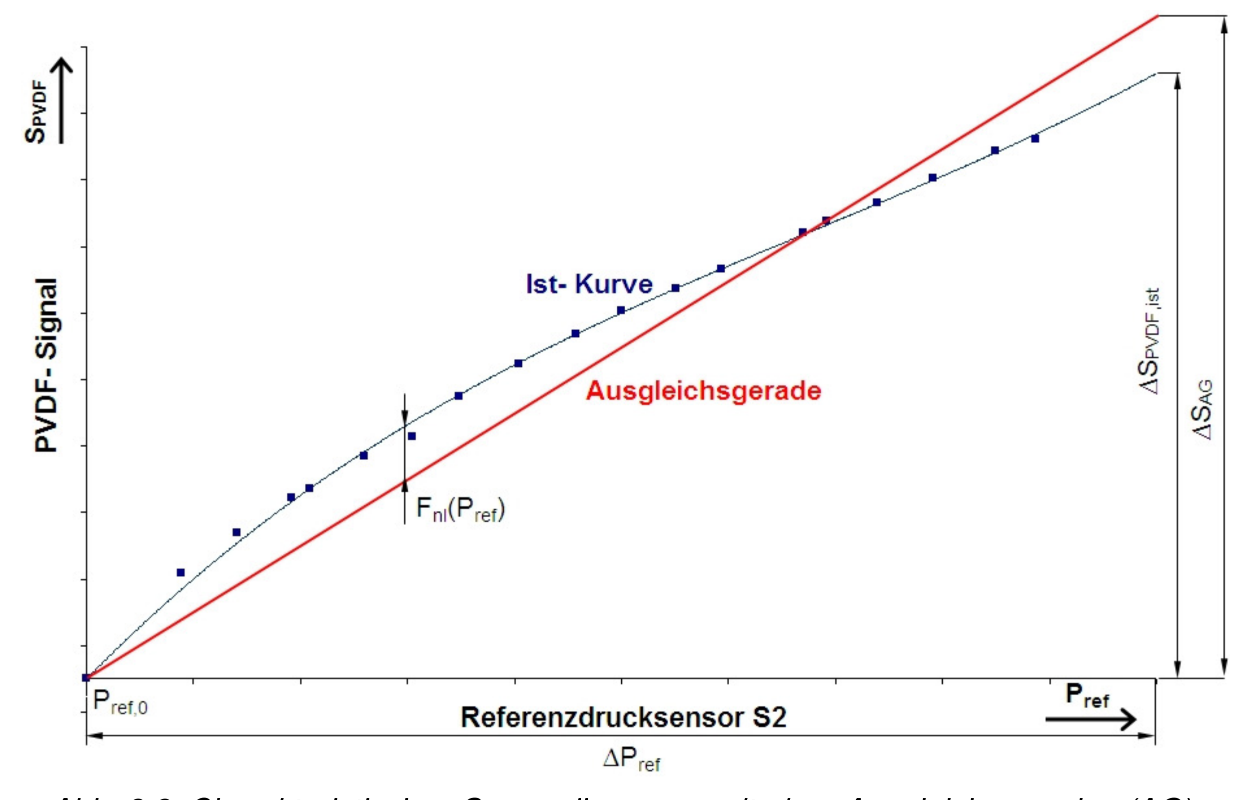


Abb. 8.3: Charakteristisches Sensordiagramm mit einer Ausgleichsgeraden (AG).

8.2 Leistungsdaten von PVDF-Drucksensoren

8.2.1 Berstdruck und Arbeitsdruckbereich

Im Rahmen dieser Arbeit wurden der Berstdruck und der maximale Arbeitsdruckbereich von PVDF-Drucksensoren gemessen. Es wurden zwei Arten von PVDF-Drucksensoren getestet: Drucksensoren aus 28 µm dicker, einachsig gestreckter, piezoelektrischer PVDF-Folie mit 6 µm dicker Silbertintenbeschichtung von Firma MSI (USA) und Drucksensoren aus 25 µm dicker, zweiachsig gestreckter, piezoelektrischer PVDF-Folie mit 70 nm Gold auf Platin Beschichtung von Firma Piezotech (Frankreich). Der Durchmesser der Sensorfläche von beiden Drucksensoren beträgt 4 mm. Beiden Drucksensoren halten mehr als 1,2 MPa Druck bei Raumtemperatur stand. Die Sensoren wurden mit dem entsprechenden Druck für wenige Sekunden belastet. Messungen bei höheren Drücken wurden nicht durchgeführt, weil der Druck in der vorhandene Druckluftversorgung auf 1,2 MPa begrenzt war. In Kapitel 7.2.2 wurde der Berstdruck vom ersten oben dargestellten Sensor zu 0,53 MPa berechnet. Dass der reale Berstdruck mehr als doppelt so groß ist wie der theoretisch berechnete, liegt unter Umständen daran, dass die PVDF-Folie anisotrop ist, und der Berstdruck mit der Gleichung für isotrope Folien berechnet wurde. Anderseits es ist bekannt, dass es bei Festigkeitsuntersuchungen sehr starke Schwankungen der Messergebnisse gibt.

Untersuchungen von PVDF-Folien haben gezeigt, dass die 28 µm dicke, einachsig gestreckte PVDF-Folie viel weniger durch Kriechen deformiert wurde als die 25 µm dicke, zweiachsig gestreckte PVDF-Folie. Während des Kriechens sinkt auch das Ausgangssignal der PVDF-Folie. Nach ca. 10 Minuten Belastung mit 0,5 MPa sinkt das Ausgangssignal eines Drucksensor mit 28 µm dicker Folie um ca. 3 % (gemessen bei 0,1 MPa) wobei das Ausgangssignal eines Drucksensor mit einer 25 µm dicken Folie um ca. 10 % sinkt. Der Unterschied in der Dicke der beiden PVDF-Folien ist relativ gering (die erste PVDF-Folie ist ca. 12 % dicker als die zweite) und kann ihr geringeres Kriechen nicht erklären. Eine gewisse Rolle könnte die dickere Metallbeschichtung der ersten PVDF-Folie gespielt haben. Die erste Folie ist zusammen mit der Metallbeschichtung ca. 16 % dicker als die zweite Folie inklusive Metallbeschichtung. Sehr wahrscheinlich wirkte sich die innere Struktur der Folie von MSI aus, die bei der Herstellung einachsig gestreckt wurde.

Eine Belastung der 25 µm dicken PVDF-Folie mit 0,7 MPa führt schon bei Raumtemperatur und wenigen Sekunden Druckbelastung zu optisch sichtbarem Kriechen. Während des Kriechens ändern sich die piezoelektrischen und mechanischen Eigenschaften der Folie, was zur Änderung der Sensorkennlinie führt. Messungen der Kennlinie nach 10 s langer Druckbelastung haben gezeigt, dass sie um ca. 15 % sinkt (gemessen bei 0,1 MPa). Nach 10 Minuten Druckbelastung sinkt die Kennlinie um ca. 30 %. Deshalb darf der PVDF-Drucksensor nicht mit 0,7 MPa belastet werden. Die oben beschriebenen Experimente haben gezeigt, dass eine kurzzeitige Belastung von PVDF-Drucksensoren mit 0,5 MPa bei Raumtemperatur zu einer Änderung der Sensorkennlinie führt, die vom Lastenheft zugelassen ist. Damit sich die Kennlinie durch das Anlegen eines Druckes nicht mehr verändert, als es vom Lastenheft her zugelassen ist, sollte der maximal erlaubte Druck für oben beschriebenen Drucksensor auf 0,5 MPa begrenzt werden.

Die Experimente haben gezeigt, dass bei Raumtemperatur mehrere Millionen Druckbelastungen ohne Änderung der Kennlinie möglich sind, wenn die Druckbelastung für den ersten oben beschriebenen Drucksensor auf 0,1 MPa beschränkt

bleibt (siehe Kapitel 8.5.1). Somit beträgt die experimentell ermittelte maximale Dauerbelastung für PVDF-Drucksensoren ungefähr ein fünftel des in Kapitel 7.2.2 berechneten Berstdruckes:

$$\Delta P_{max} \approx \frac{t\,\sigma_{Y2}}{R_{L1}}\sqrt{\left(\sigma_{Y2}-\sigma_V\right)\frac{1-\nu^2}{E}} \qquad (8.12)$$

8.2.2 Linearität

Die Linearität der Kennlinie von PVDF-Drucksensoren hängt von der Temperatur und der Vorbehandlung der PVDF-Folie ab. In Abbildung 8.4 sind die Kennlinien eines PVDF-Drucksensors bei - 40 °C, 20 °C und 90 °C zusammen mit ihren Ausgleichsgeraden (AG) dargestellt. In dem getesteten Drucksensor wurde eine neue, 28 µm dicke, piezoelektrische PVDF-Folie mit Silbertintenbeschichtung verwendet. Der Durchmesser der Sensorfläche beträgt 4 mm. Als Verstärker wurde ein Spannungsverstärker mit einem parallel zur PVDF-Folie angeschlossenen Kondensator mit 3,3 nF verwendet.

Wie in Abbildung 8.4 gezeigt, ist der Linearitätsfehler bei niedrigen Temperaturen minimal. Er steigt bei mittleren und sinkt bei hohen Temperaturen wieder.

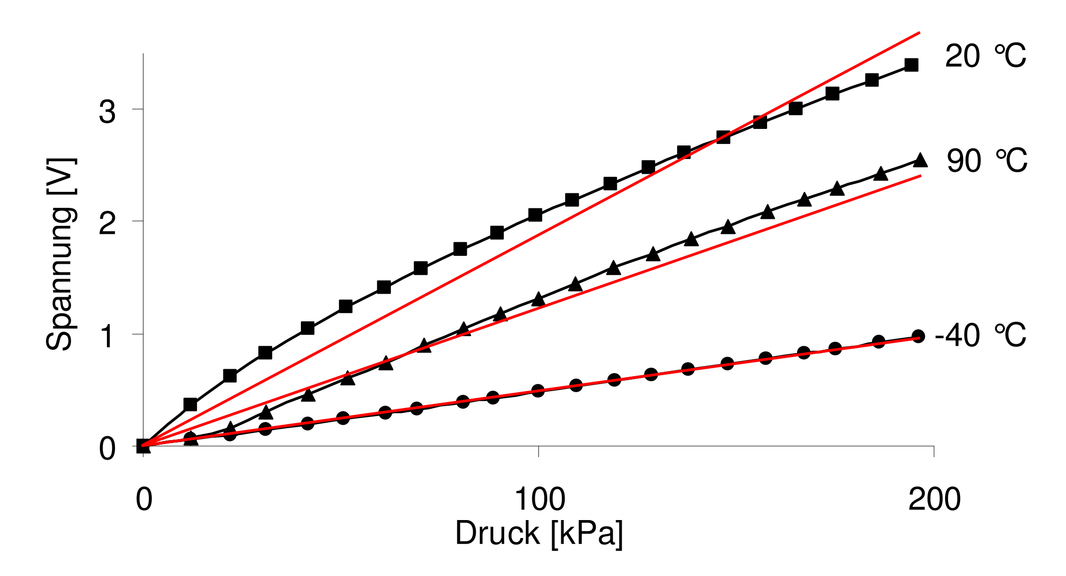


Abb. 8.4: Kennlinien eines Drucksensors mit einer neuen PVDF-Folie zusammen mit ihren Ausgleichsgeraden bei - 40 °C, 20 °C und 90 °C.

Die Linearitätsfehler berechnen sich aus Abbildung 8.4 mit Hilfe der Gleichung 8.11 zu:

$$F_{nl,\,rel,\,-40°C} = \pm\frac{max\left(S_{PVDF,\,ist}\left(P_{ref}\right)-S_{AG}\left(P_{ref}\right)\right)}{\Delta S_{AG}}\cdot 100\,\% \approx \pm\,1{,}5\,\%$$

$$F_{nl,\,rel,\,20°C} \approx \pm\,7{,}6\,\%$$

$$F_{nl,\,rel,\,90°C} \approx \pm\,4{,}2\,\%$$

Die Linearität der Kennlinie ändert sich mit der Temperatur, weil die piezoelektrischen und mechanischen Eigenschaften der PVDF-Folie druckabhängig sind, und ihre Druckabhängigkeit sich mit der Temperatur ändert.

Die Linearität eines PVDF-Drucksensors kann durch seine Vorbehandlung verbessert werden. Es verringerte sich z.B. der Linearitätsfehler auf ca. ± 1,5 %, als ein PVDF-Drucksensor unter einer Druckbelastung getempert wurde. Dieser Effekt wird in dem Kapitel über die Alterung von Drucksensoren unter statischer Druckbelastung näher beschrieben (vgl. Kapitel 8.5.2).

Die Kennlinie eines PVDF-Drucksensors kann auch durch die Erwärmung während der Herstellung beim Verschweißen von Membran und Gehäuse linearisiert werden. Durch den Druck- und Temperatureinfluss ändern sich die Form der Sensorfolie und die Druckabhängigkeit der piezoelektrischen und mechanischen Eigenschaften, was zur Linearisierung der Kennlinie führt.

In Abb. 8.5 ist die Kennlinie eines geschweißten Drucksensors mit einer 28 µm dicken, mit Silbertinte beschichteten PVDF-Folie mit 4 mm Durchmesser dargestellt. Der Linearitätsfehler dieser Kennlinie beträgt ca. ± 1 %. Dagegen zeigen vergleichbare Sensoren, deren Membran mit Schrauben zwischen den Gehäusehälften festgeklemmt wurde, eine Kennlinie, wie sie in Abb. 8.4 für 20 °C dargestellt ist.

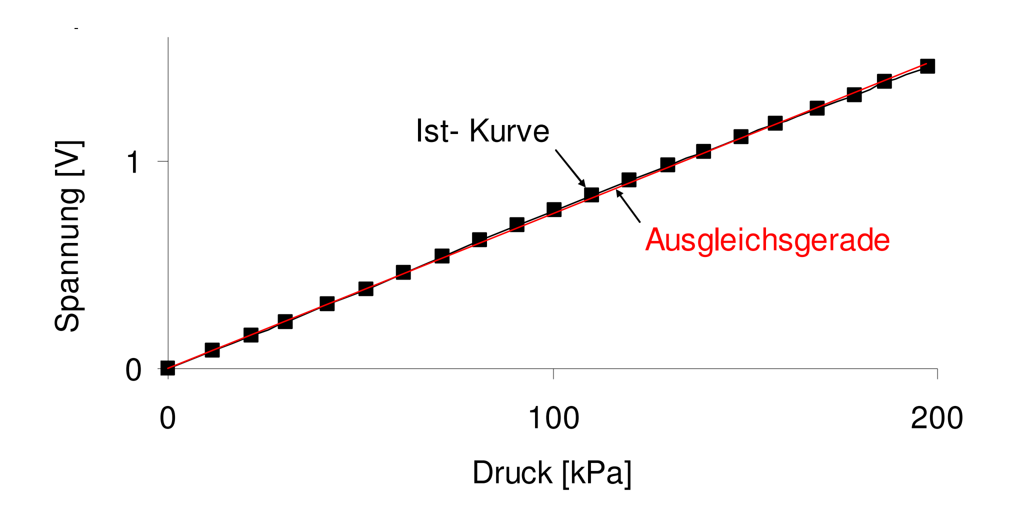


Abb. 8.5: Kennlinie eines geschweißten PVDF-Drucksensors zusammen mit seiner Ausgleichsgeraden gemessen bei 22 °C.

Die Linearität eines PVDF-Drucksensors kann auch durch entsprechende Änderungen in der Konstruktion seines Gehäuses verbessert werden. Die oben untersuchten Drucksensoren sind wie in Abbildung 7.1 dargestellt aufgebaut mit $A_1 = A_2$. Diese Drucksensoren besitzen keine Stützfläche, welche zur Linearisierung der Kennlinie eines PVDF-Drucksensors genutzt werden kann. In 20 Versuchen mit unterschiedlich aufgebauten Gehäusen zeigte sich, dass die Kennlinie des Drucksensors linearisiert wird, wenn $1 < k = \frac{A_2}{A_1} < 1{,}4$. Für alle anderen k wird die Linearität der Kennlinie entweder nicht verändert oder verschlechtert. Es wurden im Rahmen dieser Arbeit keine Experimente gemacht, um das optimale Flächenverhältnis k zu finden. Im Rahmen dieser Arbeit wurden Sensorkennlinien bei unterschiedlichen Flächenverhältnissen $0{,}8 < k < 4$ untersucht und es wurde gezeigt, dass die Sensorkennlinie durch die Anpassung des Flächenverhältnisses k linearisiert werden kann.

In Abb. 8.6 sind die Kennlinien von zwei Drucksensoren mit ihren Ausgleichsgeraden dargestellt: ein Drucksensor mit $D_1 = D_2 = 4$ mm und der andere Drucksensor mit

D_1 = 3,5 mm und D_2 = 4 mm ($k \approx$ 1,3). Beide Kennlinien wurden bei 21 °C Temperatur gemessen. Der Drucksensor in Abb. 8.6 mit dem Flächenverhältnis k = 1,3 hat einen Linearitätsfehler von ± 4 % und der Drucksensor mit dem Flächenverhältnis k = 1 hat der Linearitätsfehler von ± 7 %.

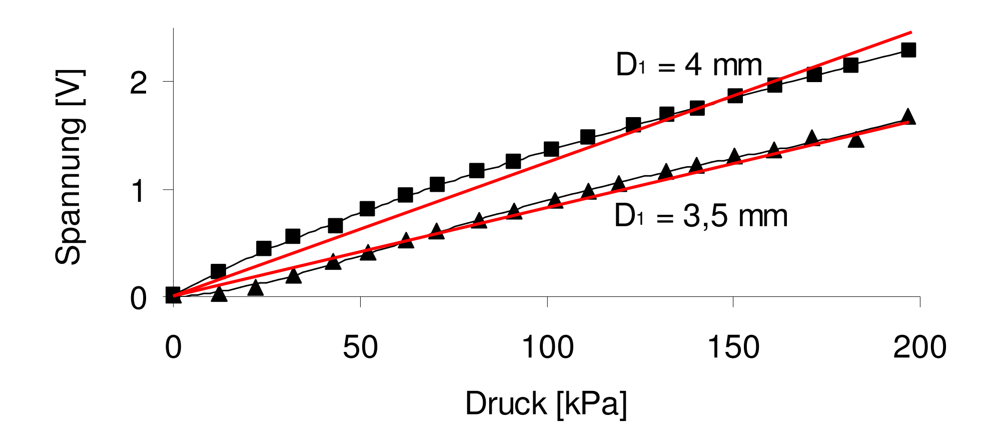


Abb. 8.6: Kennlinie zweier PVDF-Drucksensoren mit ihren Ausgleichsgeraden: Drucksensor 1 mit $D_1 = D_2$ = 4 mm, Drucksensor 2 mit D_1 = 3,5 mm und D_2 = 4 mm.

Die Experimente zeigen, dass die Vorbehandlung der PVDF-Folie bei erhöhter Temperatur und erhöhtem Druck zu einer besseren Linearisierung der Sensorkennlinie führt als die oben beschriebe Optimierung der Konstruktion des Gehäuses.

8.2.3 Hysterese

Die gemessenen Kennlinien von PVDF-Drucksensoren haben keine Hysterese, weil das Ausgangssignal der PVDF-Drucksensoren nach Gleichung 8.2 immer während des Druckanstiegs gemessen wird. Das bedeutet, dass immer der Wert $S_{2,1}$ gemessen wird. Um die Hysterese eines PVDF-Drucksensors zu bestimmen, müssen die Sensorsignale während des Druckauf- (τ_1) und -abbaus (τ_2) verglichen werden. In Abb. 8.7 und 8.8 sind Signale eines PVDF-Drucksensors bei 100 kPa Druckbelastung und 20 °C bzw. 90 °C dargestellt. Die Druckbelastungen dauern ca. 0,3 s. Der Wert der Hysterese hängt davon ab, zu welchem Zeitpunkt das Sensorsignal gemessen wird. Wenn die Spannungsänderungen während des Druckauf- und -abbaus gemessen werden ($S_{1,1}$ und $S_{1,2}$), beträgt die Hysterese für die Signale in Abb. 8.7 und 8.8:

$$H_{20°C} = \frac{|S_{1,2} - S_{1,1}|}{S_{1,2}} \cdot 100\% \approx 0{,}2\ \% \tag{8.13}$$

$$H_{90°C} = \frac{|S_{1,2} - S_{1,1}|}{S_{1,2}} \cdot 100\% \approx 11\ \% \tag{8.14}$$

Die Größe der Hysterese nimmt mit steigender Temperatur, Druck und Dauer der Druckbelastung zu. Der physikalische Grund für die Hysterese sind Kriechen, Änderung von piezoelektrischen Konstanten der PVDF-Folie mit der Zeit und Abklingen der elektrischen Ladung wegen des Innenwiderstands der PVDF-Folie. Diese Phänomene werden in weiteren Kapiteln der vorliegenden Arbeit näher untersucht.

Wenn für den Druckaufbau die Spannung $S_{2,1}$ (Spannungsunterschied zwischen dem maximalem Sensorsignal und dem Sensorsignal, kurz bevor das Ventil eingeschaltet hat) und für die Druckabbau die Spannung $S_{2,2}$ (Spannungsunterschied zwischen maximalem Sensorsignal und dem Sensorsignal lange Zeit nach dem Druckabbau) gemessen werden, wird die Hysterese vernachlässigbar gering:

$$H = \frac{|S_{2,2} - S_{2,1}|}{S_{2,2}} \cdot 100\% \approx 0\,\% \qquad (8.15)$$

Die Hysterese eines PVDF-Drucksensors hängt vom Messverfahren ab und kann bei bestimmten Messverfahren vernachlässigt werden.

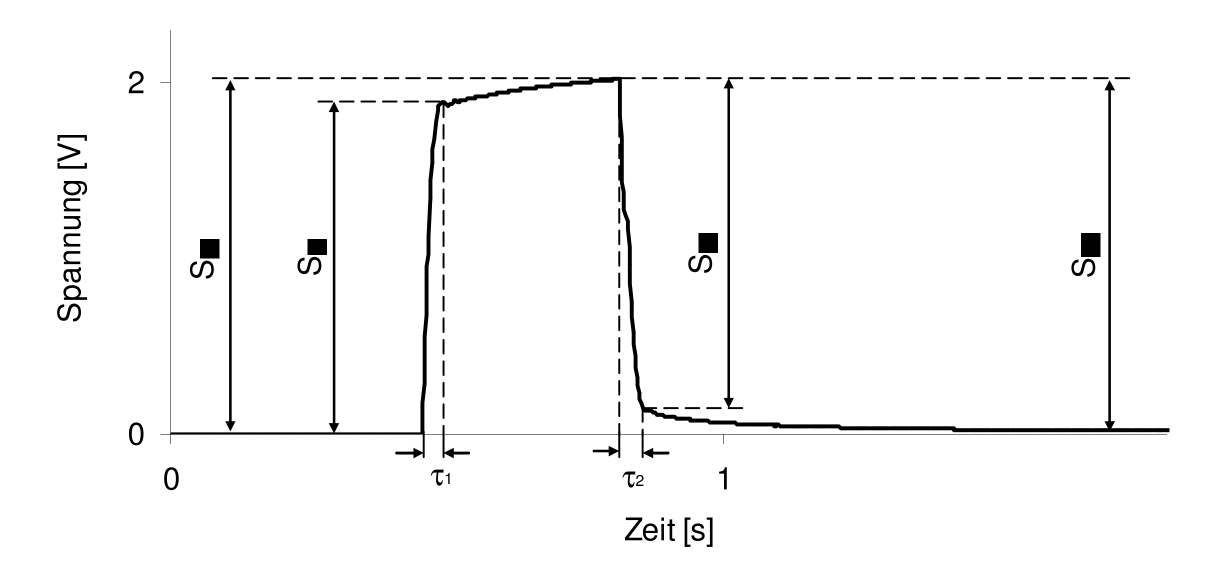


Abb. 8.7: Ausgangsspannung eines PVDF-Drucksensors bei 100 kPa Druckbelastung und 20 °C, die Dauer der Druckbelastung beträgt 0,3 s.

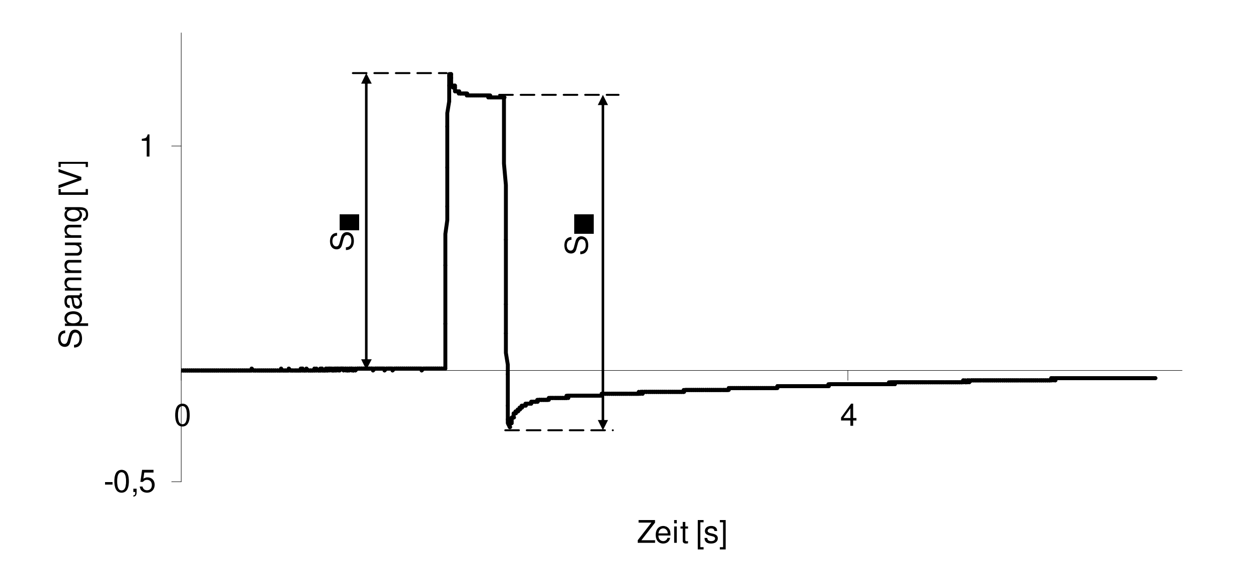


Abb. 8.8: Ausgangsspannung eines PVDF-Drucksensors bei 100 kPa Druckbelastung und 90 °C, die Dauer der Druckbelastung beträgt 0,3 s.

8.2.4 Wiederholbarkeit

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurde die Wiederholbarkeit der Kennlinien von zwei PVDF-Drucksensoren mit zwei neuen piezoelektrischen PVDF-Folien gemessen: eine 28 µm dicke PVDF-Folie mit Silbertintenbeschichtung und eine 25 µm dicke PVDF-Folie mit Gold auf Platin Beschichtung. Die Wiederholbarkeit der Kennlinie eines Drucksensors wird hier definiert als der maximale Unterschied im Ausgangssignal bei unterschiedlichen Messungen beim gleichen Druck.

Die Messung der Wiederholbarkeit von PVDF-Drucksensoren wurde in folgender Weise durchgeführt. Temperatur und Druck im System wurden konstant gehalten. Ein Drucksensor wurde 240-mal in 10 Sekunden Intervallen mit dem Systemdruck belastet, und das Sensorsignal wurde gemessen. Die Wiederholbarkeit wurde bei 20 °C und 80 °C und bei ca. 50, 100, 150, 200, 250, 300, 350 und 380 kPa gemessen.

Folgende Faktoren beeinflussen die gemessene Wiederholbarkeit: die Wiederholbarkeit der PVDF-Drucksensoren selbst, das Rauschen des Messverstärkers, die Fähigkeit des Druckregelventils einen konstanten Druck zu halten. Das Ausgangsignal des Drucksensors ändert sich, wenn der Druck im System sinkt oder steigt, was zur Erhöhung der Messfehler führt.

In Abb. 8.9 sind 240 Ausgangssignale eines PVDF-Drucksensors bei 20 °C und bei ca. 50 kPa dargestellt. Das Druckregelventil änderte den Druck im System von ca. 44 kPa bis 48 kPa. Die aus Abb. 8.9 berechnete Wiederholbarkeit des PVDF-Drucksensors beträgt ca. ±0,25 %. In diesen ±0,25 % sind auch das Rauschen des Messverstärkers und der Einfluss des Druckregelventils enthalten.

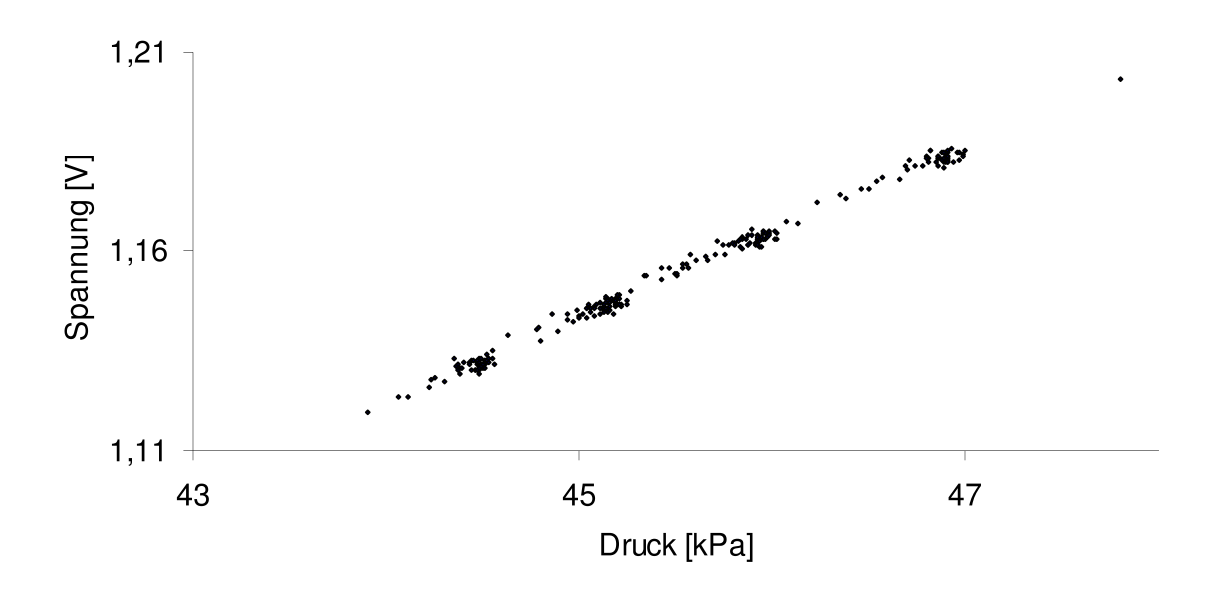


Abb. 8.9: Ausgangssignale eines Drucksensors mit einer 28 µm dicken PVDF-Folie bei 20 °C bei 240 Druckmessungen.

Die Experimente haben gezeigt, dass der Drucksensor mit einer 28 µm dicken PVDF-Folie eine bessere Wiederholbarkeit hat als der Drucksensor mit einer 25 µm dicken PVDF-Folie.

Bei manchen Messungen für die beiden Sensoren liegen einzelne Messpunkte zu hoch oder zu tief im Vergleich zu den meisten anderen Messpunkten und verschlech-

tern damit die Wiederholbarkeit. Der Grund dafür sind wahrscheinlich Störungen im Messstand oder das Fehlverhalten des Druckregelventils. Auch unter Berücksichtigung solcher Verfälschungen des Messsignals beträgt die gemessene Wiederholbarkeit der PVDF-Drucksensoren für alle gemachten Messungen weniger als ±10 %. Die reale Wiederholbarkeit der PVDF-Drucksensoren ist kleiner als dieser Wert. Die Messungen zeigen, dass die Wiederholbarkeit von PVDF-Drucksensoren besser ist als die in dem Lastenheft geforderte Genauigkeit der Schaltschwelle für einen Druckwächter von ±10 %.

8.2.5 Auflösung und Empfindlichkeit

Die Auflösung eines Drucksensors wird als kleinste Änderung des Drucks definiert, der zu einer eindeutigen und reproduzierbaren Änderung des Ausgangssignals führt. Es wurden Drucksensoren mit unterschiedlichen Auflösungen gebaut. Die Auflösung eines Drucksensors kann aus Abb. 8.9 ermittelt werden, sie beträgt ca. 300 Pa. Die Auflösung eines PVDF-Drucksensors kann durch eine Vergrößerung der Verstärkung und Verringerung des Rauschens des Sensorverstärkers verbessert werden.

Die Empfindlichkeit eines Drucksensors wird als Verhältnis der Ausgangsspannung zum Druck am Eingang des Drucksensors definiert. Die Empfindlichkeit von im Rahmen dieser Arbeit hergestellten Drucksensoren betrug von 10 bis 30 µV/Pa. Die Empfindlichkeit von PVDF-Drucksensoren kann durch Verstärkung weiter vergrößert werden.

8.2.6 Maximale Ausgangsspannung

Die maximale Ausgangsspannung von PVDF-Drucksensoren kann mit Gleichung 7.14 berechnet werden. Die Ausgangsspannung eines mit 100 kPa belasteten PVDF-Drucksensors mit einem Durchmesser der Sensorfolie von 4 mm kann ca. 70 V erreichen (siehe Kapitel 7.2.1). Diese Ausgangsspannung ist zu hoch und muss reduziert werden, bevor sie mit konventionellen Operationsverstärkern verstärkt wird. In den hier beschriebenen Experimenten war die Ausgangsspannung bei maximaler Druckbelastung geringer als 10 V. Darüber hinaus wird auch ein Ladungsverstärker benutzt. Die gemessene Ausgangsspannung und die Ausgangsladung eines PVDF-Drucksensors entsprechen den in Kapitel 7.2.1 berechneten Werten.

8.2.7 Ausgangsspannung ohne Druckdifferenz

Die Ausgangsspannung von PVDF-Drucksensoren ohne Druckänderung wird durch das Rauschen des Messverstärkers, elektromagnetische Störungen, Temperaturänderungen und die Einwirkung von Infrarot-Strahlung auf den Sensor bestimmt. Bei den meisten Experimenten liegt die Ausgangsspannung der Drucksensoren ohne Druckbelastung unter 0,01 V und beträgt normalerweise weniger als 0,2 % der Ausgangsspannung bei maximaler Druckbelastung.

8.2.8 Einfluss verschiedener Störgrößen auf das Messsignal

Einfluss von elektromagnetischen Störungen (EMI)

Im Rahmen dieser Arbeit wurde ein ungeschirmter PVDF-Drucksensor mit einem ungeschirmten Sensorkabel und Verstärker im Labor mit mehreren elektrischen Geräten getestet. Die Analyse des Sensorsignals ergab, dass das Sensorsignal eine Störung mit einer Frequenz von 50 Hz und ca. 30 mV Amplitude beinhaltet. Die Amplitude der Störung beträgt ca. 1% der maximalen Amplitude des Ausgangssignals. Die 50 Hz Störung erhöhte sich, wenn neben dem Drucksensor ein elektrisches

Gerät arbeitete. Z.B. führte das Fotografieren des Drucksensors ohne Blitz-Licht aus 2 bis 5 cm Entfernung zur Erhöhung der Störung auf 150 mV. Elektromagnetische Störungen können durch die Abschirmung des Drucksensors und seiner elektronischen Schaltungen oder durch die Filterung des Messsignals reduziert werden. Bei anderen Messverfahren wie z.B. Dehnungsmessstreifen ist das Ausgangssignal wesentlich kleiner als bei den hier untersuchten Piezofolien. Deshalb ist bei anderen Messverfahren in der Regel eine Abschirmung unvermeidlich.

Einfluss der Infrarot-Strahlung von warmen Objekten

PVDF hat neben piezoelektrischen auch starke pyroelektrische Eigenschaften und erzeugt eine Ausgangsspannung, wenn es erwärmt oder abgekühlt wird. PVDF ist auch auf Infrarot-Strahlung mit Wellenlängen von 7 bis 20 µm empfindlich (siehe Kapitel 4.1.2). Körper bei Raumtemperatur emittieren Infrarot-Strahlen überwiegend im Bereich von 8 - 12 µm. Um die Empfindlichkeit von PVDF-Drucksensoren auf Infrarot-Strahlung zu testen, wurden unterschiedlich heiße Objekte neben dem Drucksensor bewegt, wie z.B. eine Heizluftpistole mit ca. 300 °C und ein Lötgerät mit 450 °C. Der Experimentator bewegte auch seine Hand neben dem Drucksensor. Dabei wurde keine Änderung in der Ausgangsspannung des Drucksensors festgestellt, die durch die Bewegung der warmen Objekte neben dem Drucksensor verursacht worden wäre.

Einfluss einer sprungartigen Temperaturänderung

Um den Einfluss einer sprungartigen Temperaturänderung auf das Messsignal zu testen, wurde ein Drucksensor mit einer mit Silbertinte beschichteten PVDF-Folie mit der Heizluftpistole erhitzt. Die Heizluftpistole wurde aus ca. 20 cm Entfernung auf den PVDF-Drucksensor gerichtet. Die Heizluftpistole erzeugte einen 300 °C heißen Luftstrom, der auf den Drucksensor strömte. Der Sensor wurde zwei Minuten lang erhitzt und seine Ausgangsspannung wurde in dieser Zeit gemessen. Die mit einem Temperatursensor neben dem PVDF-Drucksensor gemessene Temperatur betrug während der Messzeit mehr als 150 °C. Die Messungen zeigten, dass die Ausgangsspannung des Drucksensors zunächst mit der Temperatur steigt und danach sinkt. Die Absenkung der Ausgangsspannung ist größer als ihre Steigung am Anfang der Erwärmung.

In Abb. 8.10 ist die Ausgangsspannung des PVDF-Drucksensors bei oben beschriebenem Experiment dargestellt. Der Drucksensor wird während die Erhitzung 10-mal mit Druckluft beaufschlagt. Die Druckbelastungen dauern 300 ms. Der Druck für jede Druckbelastung steigt von 10 bis auf 100 kPa mit 10 kPa Schritten.

Die in diesem Experiment durch die Temperaturänderung erzeugte elektrische Spannung ist ungefähr genauso groß wie die durch maximale Druckbelastung erzeugte elektrische Spannung. Die durch die Temperaturänderung verursachte elektrische Spannung ändert sich mit einer maximalen Rate von 0,04 mV/ms. Um die im Lastenheft angeforderten 10 % Messgenauigkeit zu erreichen, muss sich die durch Druckänderung verursachte Spannung mindestens 10-mal schneller ändern. Die in den Experimenten durch die Druckänderung verursachte elektrische Spannung ändert sich mit einer Rate von ca. 100 mV/ms (sie ist unterschiedlich beim unterschiedlichen Drücken). Deshalb können solche schnellen Druckänderungen mit ausreichender Messgenauigkeit gemessen werden. Wenn die durch die Druckänderung hervorgerufene elektrische Spannung sich mit einer Rate von weniger als 0,4 mV/ms änderte, dann wurde die im Lastenheft geforderte Messgenauigkeit nicht erreicht.

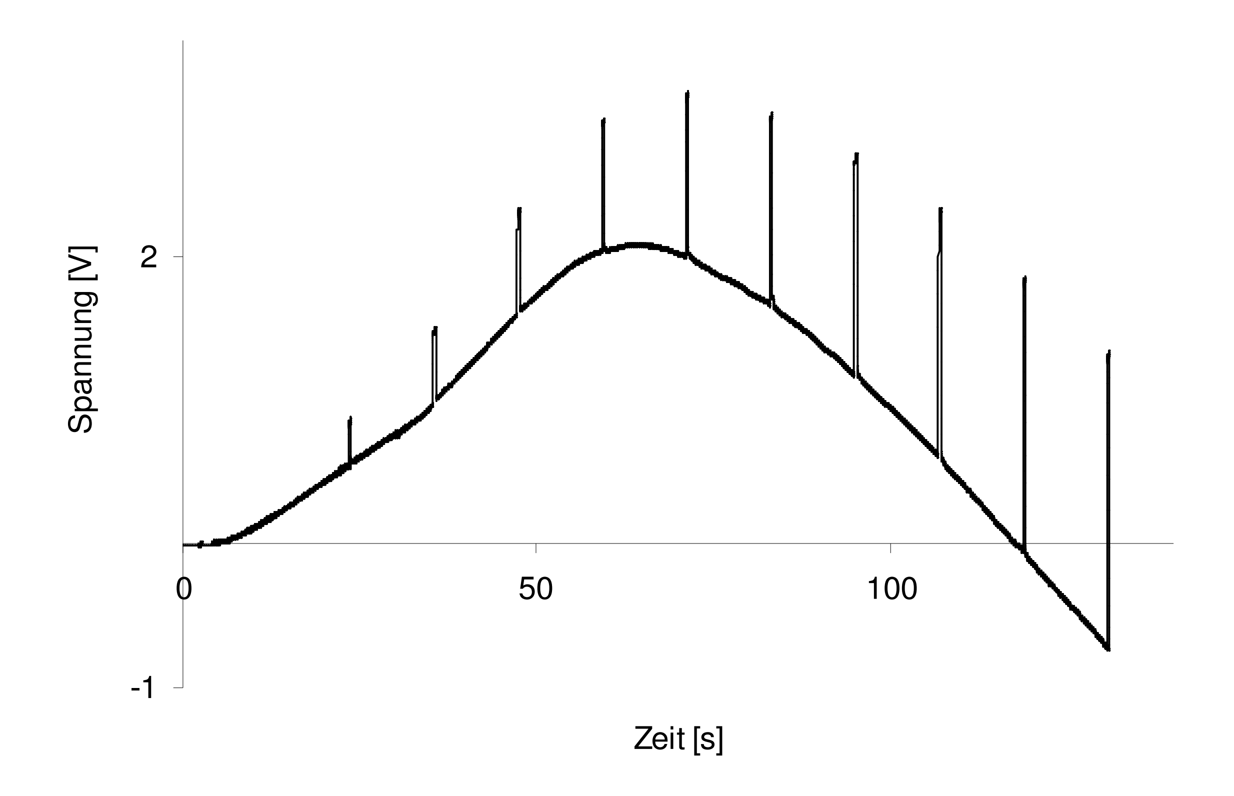


Abb. 8.10: Ausgangssignal eines PVDF-Drucksensors bei steigenden Druckbelastungen von 10 kPa bis 100 kPa. Die Druckbelastungen dauern jeweils 300 ms. Der Drucksensor wird während der Messung erwärmt.

8.2.9 Ansprechzeit von PVDF-Drucksensoren

Die piezoelektrischen PVDF Folien, welche als Sensorelemente in den Drucksensoren verwendet werden, haben eine relativ große Fläche (4 mm im Durchmesser), geringe Dicke (28 µm für PVDF-Folie und 12 µm für die Silbertintenbeschichtung auf beiden Seiten der Folie) und eine relativ niedrige Dämpfung. Die Bandbreite von PVDF-Folien reicht von 0,001 Hz bis 2 GHz [MSI99]. Deshalb ist es möglich, mit PVDF-Folien sehr schnelle Druckänderungen zu messen. Die Druckänderungen können sprungartig oder auch periodisch sein. Der Frequenz von periodischen Druckänderungen kann im Schall- oder im Ultraschallbereich liegen. Die periodischen Druckänderungen (Schall- oder Ultraschallwellen) können u.a. durch Resonanzen in pneumatischen Systemen hervorgerufen werden.

Pneumatische Systeme können mehrere Resonanzfrequenzen haben. Hier ist ein Beispiel für ein pneumatisches System mit einer Resonanzfrequenz f_r dargestellt (Abb. 8.11). Bei diesem Versuch war ein Schnellschaltventil MHE3-MS1H-3/2G-QS-6-K von Festo [Fest06] an ein Konstantdrucknetz angeschlossen. Wenn das Ventil öffnet, strömt die Druckluft in ein geschlossenes Rohr. Das Rohr hat eine Länge *L*. Nachdem sich das Ventil geöffnet hat, erreicht die Druckwelle nach der Zeit $\tau = \frac{L}{c_{Luft}}$ das Rohrende. Sie wird vom Rohrende reflektiert und kommt zurück zum Ventil. Die Druckwelle wird am Ventil wieder reflektiert usw. Das pneumatische System, welches aus Ventil und geschlossenem Rohr besteht, hat die Resonanzfrequenz:

$$f_r = \frac{c_{Luft}}{2\,L} \tag{8.16}$$

Die Versuche wurden mit einem pneumatischen System durchgeführt, dass aus einem Druckregelventil, einem Druckluftspeicher, einem Schnellschaltventil, einem Druckluftschlauch mit 4 mm Innendurchmesser und zwei am Schlauchende angeschlossenen Drucksensoren besteht (Abb. 8.11). Einer dieser Sensoren ist ein Referenzdrucksensor 19C100PA7K der Sensortechnics GmbH mit einer im Datenblatt angegebene Ansprechzeit von weniger als 0,1 ms (für eine Signaländerung von 10 % bis 90 % der maximalen Signalamplitude) [Sens04a]. Der andere Sensor ist ein PVDF-Drucksensor. Bei verschiedenen Experimenten wurden die beiden Sensoren entweder jede 0,1 ms oder jede 0,04 ms abgefragt. Das entspricht einer Abtastrate von 10 KS/s (Kilo samples pro Sekunde) bzw. 25 KS/s. Die Distanz zwischen dem Ventilschieber des Schnellschaltventils und der Sensormembran von PVDF- bzw. Referenzdrucksensor beträgt 14,5 ± 0,5 cm. Diese Distanz konnte nicht genauer bestimmt werden, weil Zeichnungen von Ventil und Referenzdrucksensor nicht zur Verfügung standen.

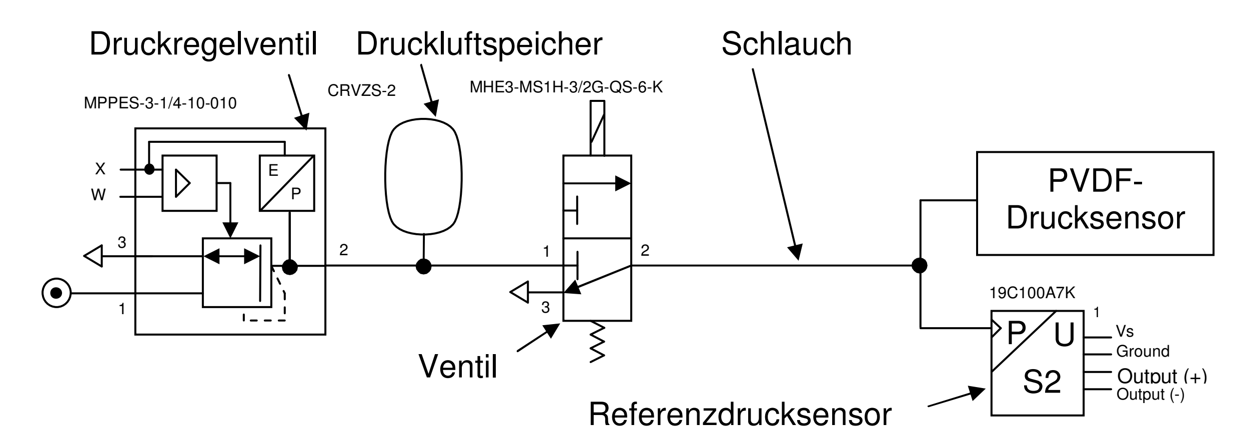


Abb. 8.11: Aufbau eines Systems für die Untersuchung der Ansprechzeit von PVDF-Drucksensor und Resonanzfrequenzen in einem pneumatischen System.

Der Resonanzfrequenz des In Abbildung 8.11 dargestellten Systems kann mit Gleichung 8.16 berechnet werden. Für $T = 25$ °C, $c_{Luft} \approx 346{,}3$ m/s:

$$f_r = \frac{c_{Luft}}{2\,L} \approx \frac{346{,}3}{2 \cdot 0{,}145} \approx 1{,}2 \text{ kHz}$$

Das Ausgangssignal des PVDF- Drucksensors und des Referenzdrucksensors nach dem Einschalten des Ventils ist in Abbildung 8.12 dargestellt.

Zum Zeitpunkt $\tau = 0$ wird die elektrische Spannung an das Schnellschalventil angelegt. Die Schaltzeit von Schnellschaltventilen mit Schnellschaltelektronik beträgt ca. 2,3 ms [Fest06]. Nach dieser Zeit wird das Schnellschaltventil zu 80 % geöffnet. Der Druck im System beträgt 110 kPa. Wie in Abbildung 8.12 dargestellt, ist dem Ausgangssignal des PVDF-Drucksensors in den ersten Millisekunden nach dem Anlegen der Druckbelastung eine Schwingung mit einer Frequenz von ca. 1,2 kHz überlagert. Diese Schwingung des Ausgangssignals ist durch die Vibration der Luftsäule verursacht. Das Ausgangssignal des Referenzdrucksensors zeigt diese

Schwingungen nicht. Das kann daran liegen, dass der Referenzdrucksensor wegen seiner stärkeren Dämpfung schnelle Druckänderungen nicht erfassen kann.

In Abbildung 8.12 ist gezeigt, dass die Vibration der Luftsäule in den ersten Millisekunden nach dem Öffnen des Schaltventils besonderes groß ist. Sie wird gedämpft und verschwindet nach einigen Millisekunden.

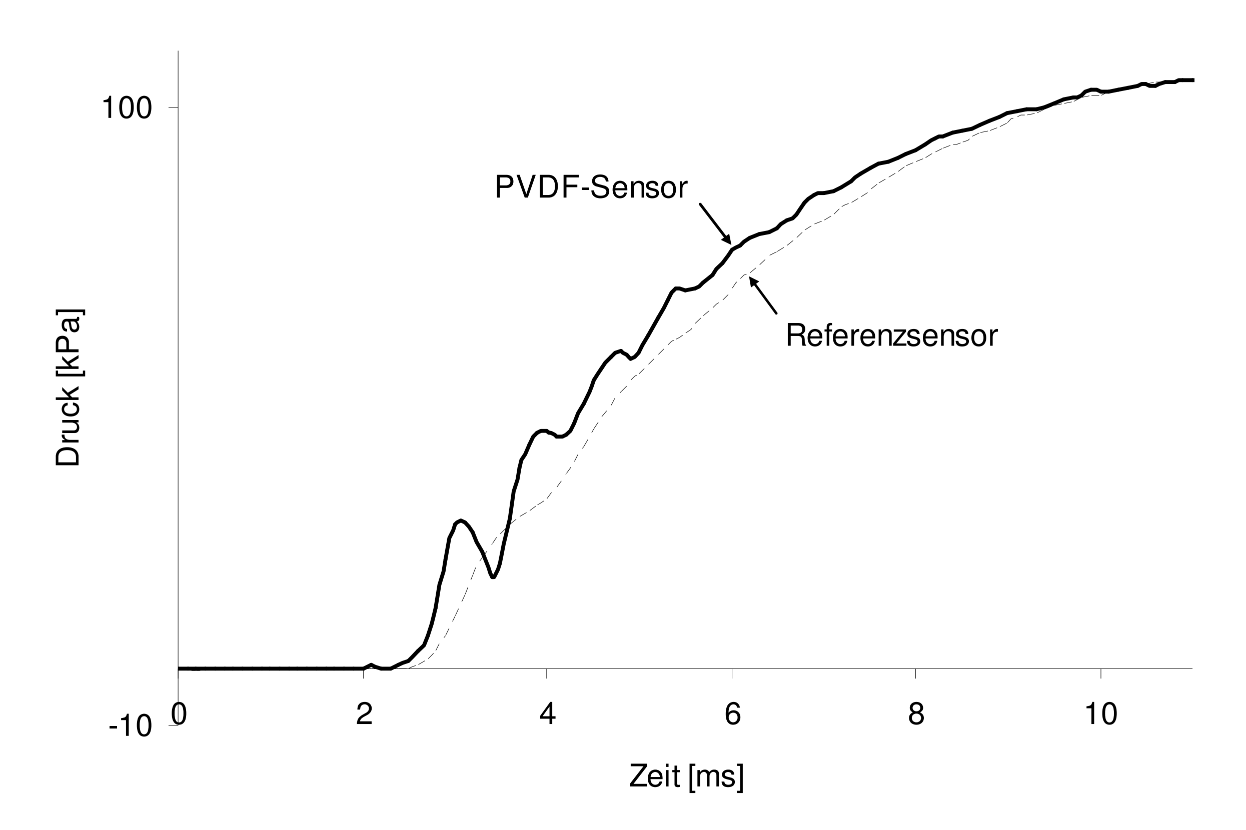


Abb. 8.12: Ausgangssignal des PVDF-Drucksensors und des Referenzdrucksensors aus Abb. 8.11 nach Anlegen der 110 kPa Druckbelastung.

Gleiche Messungen mit einem 33 cm langen Druckluftschlauch haben bestätigt, dass die Resonanzfrequenz der Luftsäule mit steigender Schlauchlänge sinkt.

Aus Abbildung 8.12 folgt, dass der PVDF-Drucksensor eine kürzere Ansprechzeit als der Referenzdrucksensor hat. Die Ansprechzeit eines PVDF-Drucksensors konnte mit den für diese Arbeit zur Verfügung stehenden Mitteln nicht genauer bestimmt werden. In der Literatur wird beschrieben, dass PVDF-Folien Vibrationen mit bis 2 GHz Frequenz messen können [MSI99]. Das bedeutet, dass die Ansprechzeit von PVDF-Drucksensoren wenige Nanosekunden betragen kann.

8.2.10 Resonanzfrequenz von PVDF-Drucksensoren

Wenn ein Drucksensor periodische Schwingungen messen soll, darf die Frequenz dieser Schwingungen nicht in der Nähe der Resonanzfrequenz des Drucksensors liegen, weil sonst der Messfehler zu groß wird.

Die gemessene Resonanzfrequenz von Schwingungen senkrecht zur Oberfläche der PVDF-Folie des oben beschriebenen Sensors hängt vom Druckabfall über der Folie, dem Druckmedium und der Temperatur ab und beträgt für Luft ca. 20 – 40 kHz.

Die Resonanzfrequenz von Dickenschwingungen der PVDF-Folie kann mit Gleichung 8.17 berechnet werden (t = 28 µm, $c_{PVDF\,L}$ = 2200 m/s):

$$f_r = \frac{c_{PVDF\,L}}{2\,t} = \frac{2200}{2 \cdot 28 \cdot 10^{-6}} \approx 39{,}3 \text{ MHz} \qquad (8.17)$$

Beide Resonanzfrequenzen liegen höher als die maximale Schaltfrequenz von kommerziell erhältlichen Ventilen. Deshalb hat die Resonanzfrequenz keinen Einfluss auf die Genauigkeit des Druckwächters.

8.2.11 Arbeitstemperaturbereich und Temperaturabhängigkeit

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurde der Arbeitstemperaturbereich von PVDF-Drucksensoren und ihre Querempfindlichkeit gegenüber der Temperatur gemessen. Die Querempfindlichkeit des Drucksensors gegenüber der Temperatur wurde mit drei elektronischen Schaltungen gemessen: Ladungsverstärker, Spannungsverstärker mit Widerstandsspannungsteiler und Spannungsverstärker mit Kapazitätsspannungsteiler. Diese elektronischen Schaltungen sind in Kapitel 5.1.7 beschrieben. Wenn das Ausgangssignal eines Drucksensors mit dem Ladungsverstärker gemessen wird, haben nur die piezoelektrischen Module d_{31}, d_{32} und d_{33} einen Einfluss auf die Messergebnisse (siehe Gleichung 7.13). Wenn ein Spannungsverstärker mit Widerstandsspannungsteiler benutzt wird, beeinflussen die Piezospannungskonstanten g_{31}, g_{32}, g_{33} das Ausgangssignal (siehe Gleichungen 4.5 und 7.14 für C_0 = 0). Deshalb hängt die Querempfindlichkeit davon ab, mit welcher elektronischen Schaltung die Sensoren ausgelesen werden. Wenn ein PVDF-Drucksensor einen Spannungsverstärker mit Kapazitätsspannungsteiler hat, wird seine Querempfindlichkeit gegenüber der Temperatur zwischen den Querempfindlichkeiten der beiden oben beschriebenen elektronischen Schaltungen liegen (siehe Gleichung 7.14).

Es wurden zwei Typen von Sensoren getestet:

1) Sensoren mit 28 µm dicker, einachsig gestreckter, piezoelektrischer PVDF-Folie mit beidseitiger 6 µm dicker Silbertinte-Beschichtung und
2) Sensoren mit 25 µm dicker, zweiachsig gestreckter, piezoelektrischer PVDF-Folie mit beidseitiger 70 nm dicker Gold auf Platin Beschichtung.

Der Durchmesser der Sensorfläche beträgt für beide Sensortypen 4 mm. Die Gehäuse von allen Sensoren waren aus PVDF hergestellt.

Die Querempfindlichkeit der PVDF-Drucksensoren gegenüber der Temperatur wurde im Temperaturbereich von - 40 °C bis +80 °C gemessen.

Arbeitstemperaturbereich

Im Kapitel 4.2.1 wurde festgehalten, dass PVDF-Folien laut Literatur im Temperaturbereich von - 40 °C bis 160 °C piezoelektrische Eigenschaften besitzen und als Sensorelemente in Drucksensoren verwendet werden können. Im Rahmen dieser Arbeit wurden PVDF-Drucksensoren im Temperaturbereich von - 40 °C bis 120 °C getestet. Dabei zeigte sich, dass PVDF-Drucksensoren in diesem Temperaturbereich zuverlässig funktionieren. Bei Temperaturen über 80 °C kriecht die PVDF-Folie besonders schnell, was die Lebensdauer des PVDF-Drucksensors reduziert. Um das Kriechen zu verlangsamen, kann der Arbeitsdruck gesenkt werden. Um bei hohen Temperaturen ein stabiles Ausgangssignal zu erreichen, sollte ein PVDF-Drucksensor während seiner Herstellung bei maximaler Arbeitstemperatur und unter Druck getempert werden.

Darüber hinaus sinkt der elektrische Widerstand der PVDF-Folie mit steigender Temperatur. Das führt zu einem schnellen Abfluss der elektrischen Ladungen. Deshalb können langsame Druckänderungen bei hohen Temperaturen nicht gemessen werden. Die Temperaturabhängigkeit des Folienwiderstands wird in Kapitel 8.4.3 näher beschrieben.

Querempfindlichkeit gegenüber der Temperatur von Drucksensoren mit Ladungsverstärker (Schaltung 1)

Wenn ein PVDF-Drucksensor mit einem Ladungsverstärker ausgelesen wird, wird die mit der PVDF-Folie erzeugte elektrische Ladung gemessen. Diese Ladung kann mit Gleichung 7.13 berechnet werden. Die Ausgangsspannung des Verstärkers kann mit Gleichung 5.4 berechnet werden. Durch Einsetzen von Gleichung 7.13 in Gleichung 5.4 folgt:

$$U_a = \frac{1}{C_0}\left(A_1 \sqrt[3]{\frac{\Delta P^2\ R_{L1}^2}{24\,t^2}\frac{E}{1-\nu^2}}\left(d_{31}+d_{32}+2\,\nu\ d_{33}\right)+A_2\ d_{33}\ \Delta P\right) \tag{8.18}$$

Aus Gleichung 8.18 folgt, dass die Temperaturabhängigkeit des Ausgangssignals durch die Temperaturabhängigkeit der piezoelektrischen Module d_{3n} (n = 1, 2, 3) und durch die Temperaturabhängigkeit des Elastizitätsmoduls E bestimmt ist.

Die Querempfindlichkeit eines PVDF-Drucksensors mit Ladungsverstärker gegenüber der Temperatur ist in Abb. 8.13 dargestellt. Die Abhängigkeit der Ausgangsspannung von der Temperatur ist im Allgemeinen nicht linear. Das Ausgangssignal des PVDF-Drucksensors steigt bei geringen Drücken schneller mit der Temperatur als bei hohen Drücken. Wenn die Temperatur sich z.B. von - 40 °C auf 50 °C ändert, steigt die Ausgangsspannung um einen Faktor 8,9 für 50 kPa Druckbelastung und um einen Faktor 5 für 200 kPa Druckbelastung.

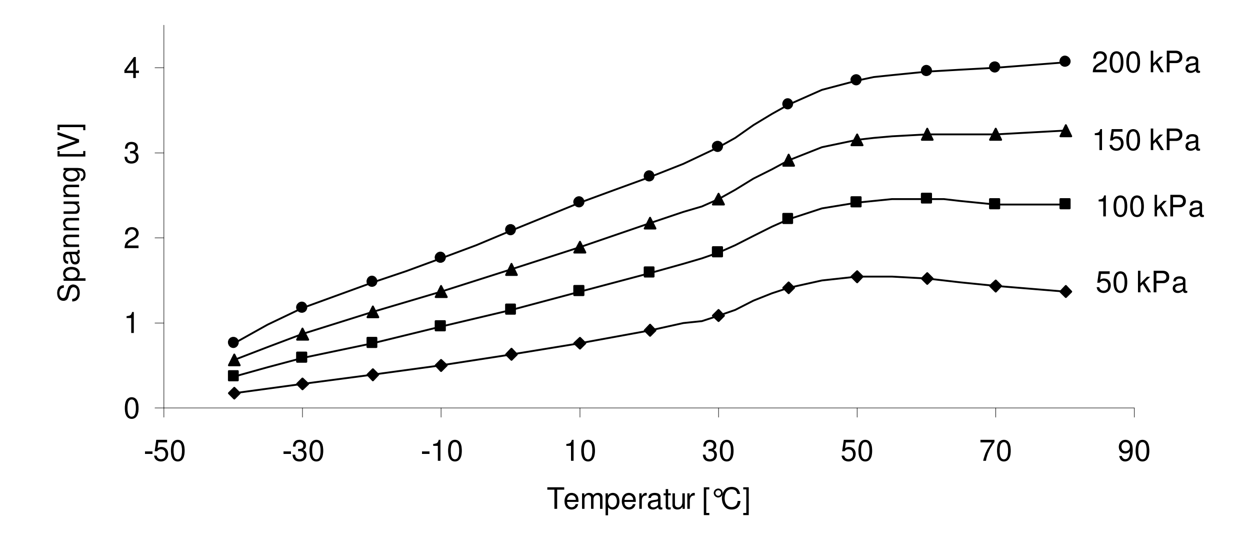


Abb. 8.13: Ausgangsspannung eines PVDF-Drucksensors mit einem Ladungsverstärker im Temperaturbereich von - 40 °C bis 80 °C.

Querempfindlichkeit gegenüber der Temperatur von Drucksensoren mit Spannungsverstärker und Widerstandsspannungsteiler (Schaltung 2)

Wenn ein PVDF-Drucksensor mit einem Spannungsverstärker und Widerstandsspannungsteiler verwendet wird, wird die mit der PVDF-Folie erzeugte und mit dem Widerstandsspannungsteiler reduzierte elektrische Spannung gemessen. Die Ausgangsspannung des Verstärkers kann mit Gleichung 5.5 berechnet werden. Nach dem Einsetzen von Gleichungen 7.13, 4.3 und 4.5 in Gleichung 5.5 ergibt sich:

$$U_a = \frac{R_2}{R_1 + R_2} \frac{t}{A_3} \left(A_1 \sqrt[3]{\frac{\Delta P^2 \; R_{L1}^2}{24\,t^2} \frac{E}{1-\nu^2}} \left(g_{31} + g_{32} + 2\,\nu\, g_{33} \right) + A_2 \, g_{33} \, \Delta P \right) \tag{8.19}$$

Aus Gleichung 8.19 folgt, dass die Temperaturabhängigkeit des Ausgangssignals durch die Temperaturabhängigkeit der Piezospannungskonstanten g_{3n} (n = 1, 2, 3) und durch die Temperaturabhängigkeit des Elastizitätsmoduls E bestimmt ist.

Die Querempfindlichkeit eines PVDF-Drucksensors mit Spannungsverstärker und Widerstandsspannungsteiler gegenüber der Temperatur ist in Abb. 8.14 dargestellt. Die Abhängigkeit der Ausgangsspannung von der Temperatur ist im Allgemeinen nicht linear. Das Ausgangssignal des PVDF-Drucksensors steigt bei geringen Drücken schneller mit der Temperatur als bei hohen Drücken. Wenn sich die Temperatur von - 40 °C bis 50 °C ändert, steigt die Ausgangsspannung um einen Faktor 3,7 für 50 kPa und um einen Faktor 2,2 für 200 kPa. Die Steigung der Ausgangsspannung mit der Temperatur ist für einen PVDF-Drucksensor mit Spannungsverstärker und Widerstandsspannungsteiler viel geringer als für einen Sensor mit Ladungsverstärker.

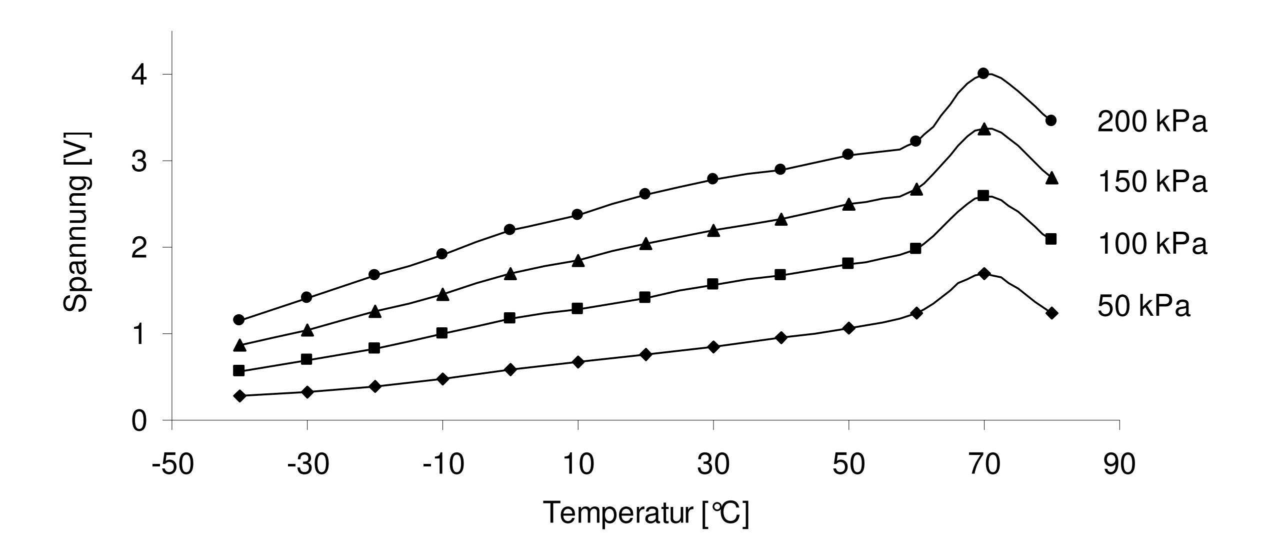


Abb. 8.14: Ausgangsspannung eines PVDF-Drucksensors mit einem Spannungsverstärker mit Widerstandsspannungsteiler im Temperaturbereich von - 40 °C bis 80 °C.

Ein PVDF-Drucksensor mit Spannungsverstärker und Widerstandsspannungsteiler hat folgenden Nachteil: um eine große Abklingzeit zu erreichen, muss der elektrische Widerstand zwischen den Elektroden der PVDF-Folie sehr hoch gehalten werden (höher als bei den beiden anderen in diesem Kapitel dargestellten elektronischen Schaltungen). Das Eindringen von Feuchtigkeit in das Sensorgehäuse kann den

elektrischen Widerstand zwischen den Elektroden der PVDF-Folie verringern. Deshalb muss dieser Drucksensor in ein hermetisches Gehäuse eingebaut werden, um das Eindringen von Feuchtigkeit in das Sensorgehäuse zu vermeiden. Die maximale Arbeitstemperatur für den Drucksensor mit dieser Schaltung wird ca. 20 - 30 °C geringer ausfallen als für Drucksensoren mit anderen Schaltungen, weil der elektrische Widerstand von PVDF-Folien bei hohen Temperaturen sinkt.

Querempfindlichkeit gegenüber der Temperatur von Drucksensoren mit Spannungsverstärker und Kapazitätsspannungsteiler (Schaltung 3)

Wenn ein PVDF-Drucksensor mit einem Spannungsverstärker mit Kapazitätsspannungsteiler eingesetzt wird, wird die mit der PVDF-Folie erzeugte und mit der parallel zur PVDF-Folie angeschlossenen Kapazität reduzierte elektrische Spannung gemessen. Die Ausgangsspannung des Verstärkers kann mit Gleichung 7.2 oder Gleichung 7.14 berechnet werden:

$$U_a = \frac{A_1 \sqrt[3]{\frac{\Delta P^2 \, R_{L1}^2}{24\, t^2} \frac{E}{1-\nu^2}} \left(d_{31} + d_{32} + 2\,\nu\, d_{33}\right) + A_2\, d_{33}\, \Delta P}{C_0 + \frac{\varepsilon_\Gamma\, \varepsilon_0\, A_3}{t}}$$

Aus Gleichung 7.14 folgt, dass die Temperaturabhängigkeit des Ausgangssignals durch die Temperaturabhängigkeit der piezoelektrischen Module d_{3n} (n = 1, 2, 3), des Elastizitätsmoduls E und der Dielektrizitätskonstante bestimmt ist.

Die Querempfindlichkeit eines PVDF-Drucksensors mit Spannungsverstärker und Kapazitätsspannungsteiler gegenüber der Temperatur ist in Abb. 8.15 dargestellt.

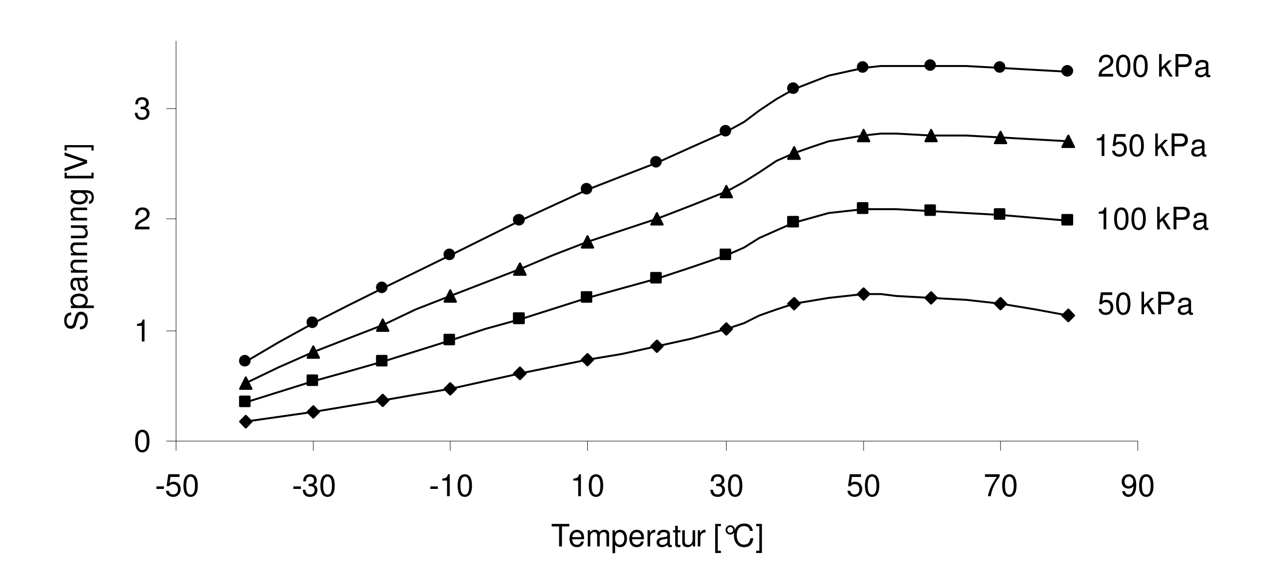


Abb. 8.15: Ausgangsspannung eines PVDF-Drucksensors mit einem Spannungsverstärker und Kapazitätsspannungsteiler im Temperaturbereich von - 40 °C bis 80 °C.

Die Kapazität C_0 in der elektronischen Schaltung beträgt 3,3 nF. Wenn $\frac{C_0}{C_{PVDF}} \to 0$, wird diese Temperaturabhängigkeit so wie die in Abb. 8.14 dargestellte Temperatur-

abhängigkeit aussehen. Wenn $\frac{C_0}{C_{PVDF}} \to \infty$ wird die Temperaturabhängigkeit so wie in Abb. 8.13 dargestellt aussehen.

Querempfindlichkeit gegenüber der Temperatur von Drucksensoren mit zweiachsig gestreckter PVDF-Folie mit Gold auf Platin Beschichtung

Das Ausgangssignal von zweiachsig gestreckter, 25 µm dicker PVDF-Folie mit einer 70 nm dicken Gold auf Platin Beschichtung wurde im Temperaturbereich von - 20 °C bis 80 °C mit 20 °C Schritten gemessen. Als Auswertelektronik wurde ein Spannungsverstärker mit Kapazitätsspannungsteiler verwendet. Das Ausgangssignal des Drucksensors ist in Abb. 8.16 dargestellt.

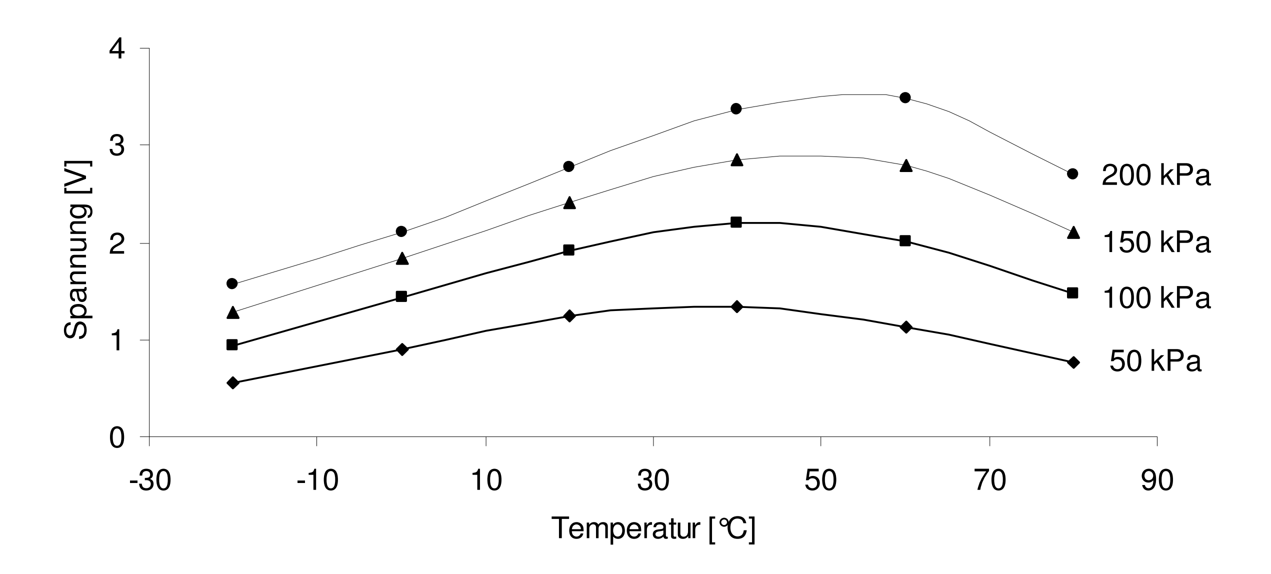


Abb. 8.16: Ausgangsspannung eines PVDF-Drucksensors mit einer zweiachsig gestreckte PVDF-Folie im Temperaturbereich von - 20 °C bis 80 °C.

Die unterschiedliche Temperaturabhängigkeit von Drucksensoren mit einachsig und zweiachsig gestreckten PVDF-Folien kann an unterschiedlichen mechanischen Eigenschaften dieser Folien, am Unterschied in der Dicke der Metallbeschichtung und am unterschiedlichen Verfahren zur Polarisierung der PVDF-Folien liegen.

8.2.12 Arbeitsfeuchtigkeitsbereich und Feuchtigkeitsabhängigkeit

Arbeitsfeuchtigkeitsbereich

Die Experimente im Rahmen der vorliegenden Arbeit haben gezeigt, dass PVDF-Drucksensoren bei allen Luftfeuchtigkeiten funktionieren können. Ein PVDF-Druckwächter muss dabei so konstruiert werden, dass aus der Luft kondensiertes Wasser keinen elektrischen Kontakt zwischen den beiden Elektroden der PVDF-Folie bildet, weil das zur Reduzierung der Ausgangsspannung führen kann. Die Elektroden von durch Schweißen hergestellten PVDF-Drucksensoren sind sehr gut vor dem Eindringen der Luftfeuchtigkeit von außen geschützt. Die Experimente haben gezeigt, dass solche Drucksensoren sowohl in trockner als auch in feuchter Luft und in Wasser funktionieren können. Deshalb reicht der Luftfeuchtigkeitsbereich für PVDF-Drucksensoren von 0 % bis 100 % relativer Feuchtigkeit.

Feuchtigkeitsabhängigkeit

Der Einfluss der Luftfeuchtigkeit auf die Sensorkennlinie wurde mit einem Drucksensor mit einem nicht hermetisch geschlossenen Gehäuse untersucht. Die Feuchte kann in das Gehäuse von solchen Drucksensoren eindringen und sich zwischen den Elektroden der PVDF-Folie ablagern. Das kann zur Senkung des Widerstands zwischen den Elektroden der Folie, zur Senkung der Abklingzeit und zur Senkung der Ausgangsspannung des PVDF-Drucksensors führen. Deshalb haben Drucksensoren mit hermetisch geschlossenem Gehäuse eine geringere Feuchteabhängigkeit.

Die Messungen der Abhängigkeit der Kennlinien von der Luftfeuchtigkeit wurden bei 65 °C im Klimaschrank durchgeführt, da mit steigender Lufttemperatur die Wasserdampfaufnahmefähigkeit der Luft zunimmt. Die Temperaturkonstanz der Membran wurde über den Temperatursensor des Klimaschrankes sichergestellt. Bedingt durch den beschränkten Arbeitsbereich des Klimaschranks SB1 /160/40 wurden Messungen bei 75 %, 48 % und 20 % Luftfeuchtigkeit durchgeführt.

Um Unsicherheiten bezüglich der Zeit, in der sich ein stationärer Fließprozess des in der Luft enthaltenen Wasserdampfs durch die metallbeschichtete PVDF-Sensormembran einstellt, auszuschließen, wurde das Verhalten der Kennlinie bei jeder Luftfeuchtigkeit über einen Zeitraum von jeweils 20 Stunden beobachtet. Dabei wurden pro Stunde zwei Kennlinien aufgenommen.

Das Druckregelventil wird in 5 kPa Intervallen mit einem Maximaldruck von 100 kPa und einer Stufendauer von 10 s angesteuert. Es wird nur ein Druckaufbau durchgeführt. Diese Maßnahmen dienen dazu, die Messdauer von 3,5 min im Vergleich zum Beobachtungsintervall von 1 h klein zu halten. Vor Beginn des Experimentes wurde verifiziert, dass die Kennlinie keine Hysterese aufweist. Pro Druckstufe wurde eine Druckbelastung durchgeführt. Die Messpunkte wurden mit einem Polynom 3. Grades approximiert, die aus den Messwerten mittels SVD-Interpolationsalgorithmus gewonnen wurden [Labv06].

Verglichen mit dem Einfluss der Lufttemperatur übt die Luftfeuchtigkeit erst nach deutlich längeren Versuchzeiten Einfluss auf die Kennlinie aus. Die Sensorkennlinien wurden 20 h lang gemessen. Sie haben sich in die ersten Stunden verändert und in die letzten 6 Stunden nicht mehr. Die in Abbildung 8.17 dargestellten Messwerte wurden in den letzten 6 Stunden der jeweilige Messung gewonnen.

Der untersuchte PVDF-Drucksensor weist einen relativen Linearitätsfehler bis ca. ±6,5 % auf. Eine deutliche Abhängigkeit der Linearitätsfehler von der Feuchtigkeit kann nicht beobachtet werden. In Abb. 8.17 sinkt die Ausgangsspannung des Drucksensors um maximal 7 % wenn die Luftfeuchtigkeit von 20 % bis 75 % steigt. Diese Absenkung der Ausgangsspannung liegt innerhalb des vom Lastenheft geforderten Toleranzrahmens von ±10 %. Eine Feuchtigkeitskompensation ist aus diesem Grund nicht erforderlich. Das Absinken der Kennlinie mit zunehmender Feuchtigkeit könnte darauf zurückzuführen sein, dass die PVDF-Folie Feuchtigkeit aufnimmt und sich deshalb die mechanischen und/oder piezoelektrischen Eigenschaften mit der Dielektrizitätszahl der PVDF-Folie ändern. Zudem könnte dadurch auch der elektrische Widerstand zwischen den Elektroden der PVDF-Folie sinken. Der elektrische Widerstand zwischen den Elektroden kann aus zwei Gründen sinken: wegen der Absenkung des elektrischen Widerstands der PVDF-Folie und durch einen Wasserfilm, der durch ein nicht hermetisch verschlossenes Gehäuse einen leitfähigen Pfad zwischen den Elektroden der PVDF-Folie herstellt. Durch ein hermetisch geschlossenes Gehäuse kann der zweite Grund für die Widerstandsabsenkung ausgeschlossen werden.

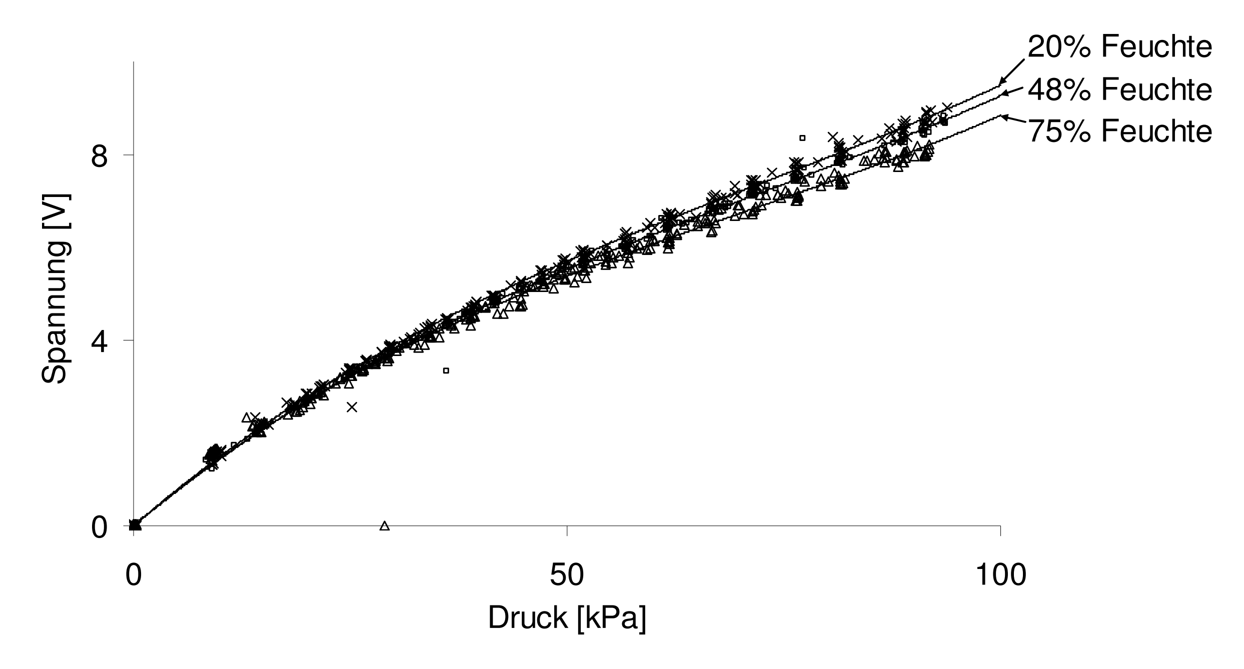


Abb. 8.17: Ausgangssignal eines PVDF-Drucksensors bei 65 °C und drei Feuchtigkeiten: 20 %, 48 % und 75 % relative Feuchte.

8.3 Chemische Beständigkeit

8.3.1 Verwendung von flüssigen leitfähigen Druckmedien

Eine der Einschränkungen bei der Verwendung von flüssigen, leitfähigen Druckmedien ist, dass das Druckmedium einen elektrischen Kontakt zwischen den Elektroden der PVDF-Folie herstellt, den elektrischen Widerstand zwischen den Elektroden verringert und dadurch das Ausgangssignal verfälscht.

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurden Drucksensoren mit Leitungswasser als Druckmedium getestet. Da Leitungswasser elektrisch leitend ist, wurden Drucksensoren hergestellt, deren Membran auf das Gehäuse aufgeschweißt worden war. Durch das Verschweißen werden die Elektroden der PVDF-Folie im Sensorgehäuse so gut isoliert, dass keine Feuchtigkeit von außen oder Druckmedium von innen in das Gehäuse eindringen und den elektrischen Widerstand zwischen den Elektroden der PVDF-Folie verringern kann.

Die Drucksensoren wurden zunächst mit Luft und danach mit Wasser als Druckmedium getestet. Es wurde kein Unterschied in den Kennlinien festgestellt solang die Drucksensoren dicht waren. Weil die Schweißverfahren noch nicht optimiert sind, kommt es oft zur Leckage bei erhöhten Drücken und Temperaturen. Wenn eine Leckage auftritt, sinkt der elektrische Widerstand der PVDF-Folie, was zum schnellen Abklingen des Ausgangssignals des Drucksensors führt.

8.3.2 Chemische Beständigkeit

Eine der Anforderungen an den Drucksensor ist, dass er chemisch innert gegenüber vielen chemischen Substanzen sein soll. Deshalb wurden die mit Silbertinte- und Gold auf Platin beschichteten PVDF-Folien in einigen starken Säuren und Lösungsmitteln getestet. Die PVDF-Folien wurden mit folgenden Chemikalien bei

Raumtemperatur getestet: Ethylacetat (98%), Tetrahydrofuran (mind. 99%), Chloroform (mind. 99%), Acetonitril (mind. 99.9%), Ethanol (mind. 99%), Trichlorethylen (mind. 99%), Schwefelsäure (95% - 97%) und destilliertes Wasser. Es ist zu erwarten, dass ein Drucksensor, der nach einer Behandlung mit solch starken Säuren und Lösungsmitteln noch funktioniert, auch mit den meisten anderen Chemikalien funktionieren wird.

Die chemische Verträglichkeit von PVDF-Folien wurde in folgender Weise getestet: ein kleiner Teil der PVDF-Folie wurde in das PVDF-Gehäuse eingebaut und das Ausgangssignal des PVDF-Drucksensors wurde gemessen. Danach wurde dieser Teil der PVDF-Folie eine Woche lang bei Raumtemperatur in eine Chemikalie eingetaucht. Nach einer Woche wurde die PVDF-Folie aus der Chemikalie genommen, mit destilliertem Wasser gespült und eine Stunde lang unter dem Abzug getrocknet. Diese Folie wurde danach in ein PVDF-Gehäuse eingebaut und das Ausgangssignal des Drucksensors wurde gemessen.

Es wurde festgestellt, dass die PVDF-Folie mit Silbertintenbeschichtung nach der Behandlung mit Ethylacetat, Tetrahydrofuran, Chloroform und Schwefelsäure nicht mehr funktionierten, weil die Silbertintenbeschichtung sich von der PVDF-Folie ablöste. Deshalb konnte die PVDF-Folie nicht mehr für eine Druckmessung verwendet werden. Die Silbertintenbeschichtung löste sich in Wasser, Ethanol, Trichlorethylen und Acetonitril nicht von der PVDF-Folie ab.

Dagegen funktionierten die PVDF-Folien mit Gold auf Platin Beschichtung nach der Behandlung in allen oben dargestellten Chemikalien. Die PVDF-Folien wurden vor und nach der einwöchigen Einwirkung der Chemikalien unter einem optischen Mikroskop mit Verstärkungsfaktor 100 untersucht. Dabei wurden keine Änderungen an diesen PVDF-Folien festgestellt.

Das Ausgangssignal der PVDF-Drucksensoren sinkt nach dem Einfluss von allen oben dargestellten Substanzen. Die Größe der Absenkung des Ausgangssignals ist für unterschiedliche Chemikalien verschieden. In Abb. 8.18 ist das Ausgangssignal eines PVDF-Drucksensors vor und nach dem einwöchigen Eintauchen in Ethylacetat dargestellt.

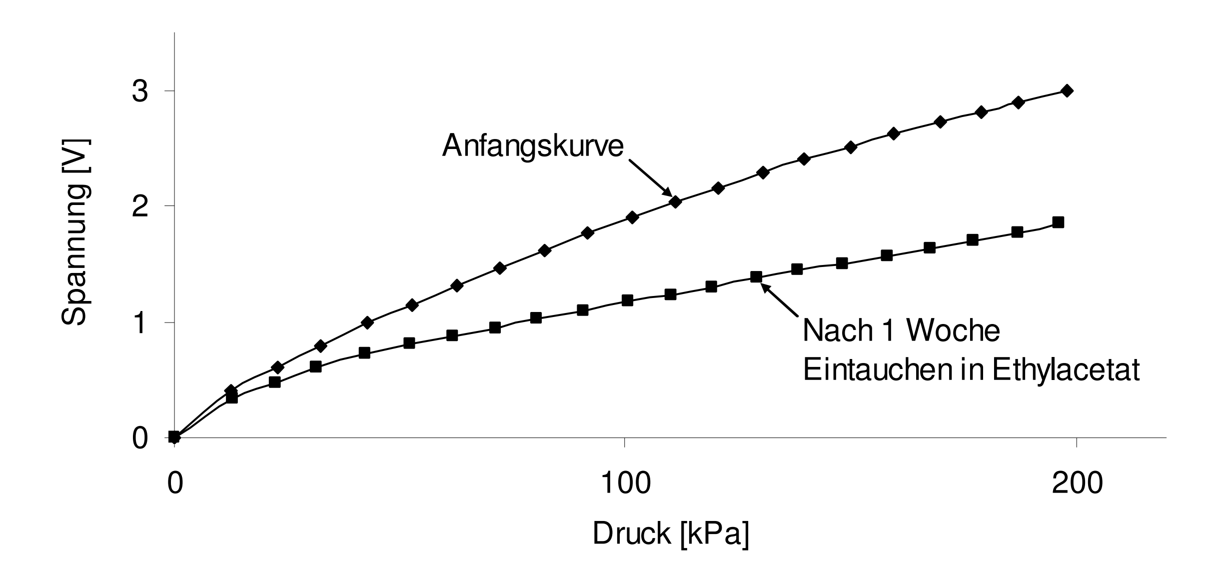


Abb. 8.18: Ausgangssignal eines PVDF-Drucksensors vor und nach dem Eintauchen in Ethylacetat (98%).

Es kann sich nicht nur die Amplitude sondern auch die Form des Ausgangssignals ändern. In Abb. 8.19 ist die Form des Ausgangssignals vor und nach dem Eintauchen in Ethylacetat dargestellt. Ein Drucksensor mit solchem Ausgangssignal kann für die Ventilüberwachung nicht verwendet werden. Das Eintauchen von PVDF-Folie in Acetonitril führt zur Absenkung ihres elektrischen Widerstands. Deshalb kann ein solcher Drucksensor nur für die Messung von schnellen Druckänderungen benutzt werden. Das Eintauchen von PVDF-Folie in Wasser, Ethanol, Tetrahydrofuran, Chloroform, Trichlorethylen, und Schwefelsäure führt zu einer Änderung der Form des Ausgangssignals, die im geforderten Toleranzrahmen von ±10% liegt. In Abb. 8.20 ist das Ausgangssignal des PVDF-Drucksensors vor und nach dem Eintauchen der PVDF-Folie in Schwefelsäure dargestellt.

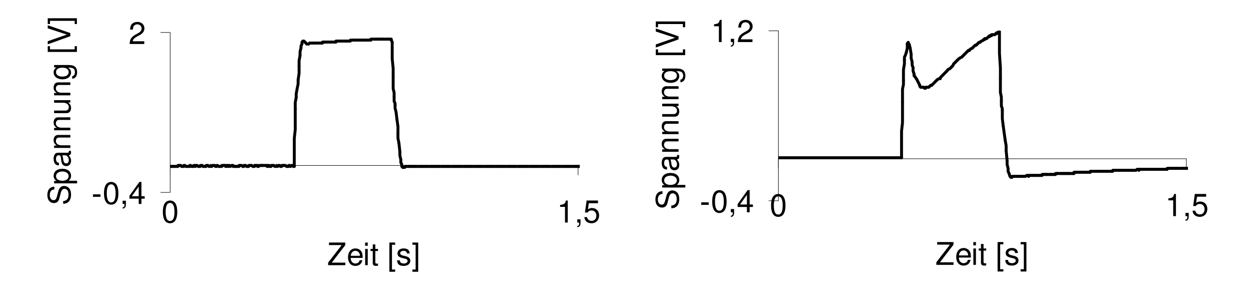


Abb. 8.19: Ausgangsspannung eines PVDF-Drucksensors vor (links) und nach dem einwöchigen Eintauchen in Ethylacetat (98%) (rechts).

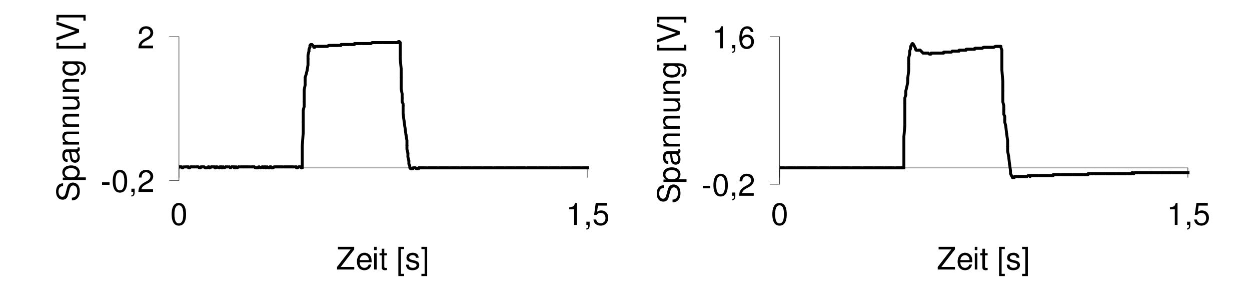


Abb. 8.20: Ausgangsspannung eines PVDF-Drucksensors vor (links) und nach dem einwöchigen Eintauchen in Schwefelsäure (95% - 97%) (rechts).

Aus oben dargestellten Experimenten folgt, dass einige Chemikalien die mechanischen und/oder piezoelektrischen Eigenschaften von PVDF-Folie insoweit verändern können, dass die Folien nicht mehr für den Einsatz in Drucksensoren geeignet sind. Es ist zu vermuten, dass PVDF-Drucksensoren auch in vielen anderen Chemikalien verwendet werden können. Bevor ein Drucksensor mit einer Chemikalie verwendet wird, muss er mit dieser Chemikalie vorbehandelt und danach für diese Chemikalie kalibriert werden, weil die Versuche gezeigt haben, dass sich die Kennlinie unter dem Einfluss der Chemikalie ändern kann.

Das langfristige Verhalten von PVDF-Folien bei direktem Kontakt mit unterschiedlichen Flüssigkeiten und Drücken konnte im Rahmen der vorliegenden Arbeit nicht untersucht werden. Es ist denkbar, dass eine PVDF-Folie, die sich für lange Zeit unter Druck in einer Flüssigkeit befindet, die Flüssigkeit absorbiert und deswegen ihre mechanischen Eigenschaften, Dielektrizitätskonstante und piezoelektrische Module stärker als in oben beschriebenen Experimenten verändert. Deshalb, wenn Drucksensoren mit aggressiven Chemikalien eingesetzt werden

sollen, ist es notwendig, das langfristige Verhalten von PVDF-Folien in diesen Chemikalien unter eine Druckbelastung zu untersuchen.

8.4 Messung quasistatischer Druckänderungen

Wenn auch eine allmähliche Verstopfung eines Ventils erkannt werden soll, ist es notwendig, mit Drucksensoren sich langsam ändernde Drücke zu messen. Deshalb ist es wünschenswert, dass der hier zu entwickelnde Drucksensor nicht nur schnelle Druckänderungen sondern auch quasistatische Drücke messen kann. Im Rahmen dieser Arbeit wurde die maximale Messzeit von PVDF-Drucksensoren bei unterschiedlichen Temperaturen gemessen. Die maximale Messzeit ist die Zeit, während welcher die Abweichung des Ausgangssignals des Drucksensors vom realen Druckwert die Drucksensormessgenauigkeit nicht überschreitet.

Folgende Faktoren führen zur Änderung des Ausgangssignals des Drucksensors wenn das Ausgangssignal über relativ lange Zeit gemessen wird: Die Relaxation von piezoelektrischen Modulen (dieser Effekt ist in Kapitel 4.3.2 näher beschrieben), das Kriechen der PVDF-Folie, die Änderung der Ausgangsspannung wegen der Änderung der Umgebungs- oder der Fluidtemperatur, das Abklingen der elektrischen Ladungen auf der Oberfläche der PVDF-Folie wegen des elektrischen Widerstands der PVDF-Folie und an der Folie angeschlossenen elektronischen Schaltungen. Im Weiteren wird der Einfluss von Kriechen, Relaxation und elektrischem Widerstand der PVDF-Folie auf die Ausgangsspannung des Drucksensors beschrieben. Es wird ein Drucksensor mit einer 28 µm dicken, Silbertinte beschichteten PVDF-Folie untersucht. Als Messschaltung wird ein Operationsverstärker mit hochohmigem Eingangswiderstand benutzt. Parallel zur PVDF-Folie wird eine Kapazität C_0 = 3,3 nF angeschlossen (Schaltung in Abb. 5.7). Der Verstärker und der Kondensator C_0 blieben außerhalb des Klimaschranks und hatten deswegen relativ konstante elektrische Parameter.

8.4.1 Einfluss von Relaxation und Kriechen auf das Ausgangssignal

Die Relaxation (die langsame Änderung der piezoelektrischen Module nach einer mechanischen Be- und Entlastung) und das Kriechen der PVDF-Folie sind in den Kapiteln 4.3.2 und 4.5.1 näher beschrieben. Diese beiden Effekte führen dazu, dass das Ausgangssignal der PVDF-Folie nach dem Anlegen einer Druckbelastung langsam steigt, und nach dem Aufheben einer Druckbelastung langsam sinkt, obwohl die Druckbelastung sich nicht ändert (siehe Abb. 8.21).

In Abb. 8.21 ist es nicht möglich, den Einfluss der Relaxation der piezoelektrischen Module von demjenigen des Kriechens der PVDF-Folie zu unterscheiden. Die Messungen wurden bei 20 °C gemacht, weil bei dieser Temperatur die Relaxationsprozesse in PVDF relativ stark sind. Gleichzeitig ist bei 20 °C der elektrische Widerstand der PVDF-Folie sehr hoch und übt nur einen geringen Einfluss auf die Ausgangsspannung aus.

In Abb. 8.22 ist das Ausgangssignal des PVDF-Drucksensors in den ersten Sekunden nach dem Anlegen einer konstanten Druckbelastung von 200 kPa dargestellt.

Das in Abb. 8.22 dargestellte Ausgangssignal kann in drei Bereiche unterteilt werden. Für den ersten Bereich ist der piezoelektrische Effekt verantwortlich. Die Ausgangsspannung in diesem Bereich ist eine Funktion des Drucks und kann mit Gleichung 7.14 berechnet werden. Für den zweiten und dritten Bereich sind Kriechen und Relaxation verantwortlich. Die Ausgangsspannung hängt hier nicht nur von

Druck und Temperatur, sondern auch von der Zeit ab. Diese elektrischen Spannungen werden im weiteren Verlauf dieser Arbeit als Kriech- bzw. Relaxationsspannung bezeichnet. Im zweiten Bereich steigt die Sensorspannung um ca. 12 % bei 20 °C und 200 kPa Druck. Der Bereich 2 dauert ca. 1 s. In Bereich 3 steigt die Sensorspannung mit einen viel langsameren Tempo weiter. Dieses Tempo nimmt mit der Zeit ab. Im Bereich 3 steigt die Ausgangsspannung in 7 s um ca. 6 %. Nach dem Aufheben der Druckbelastung sinkt die Ausgangsspannung in ähnlicher Weise wie sie gestiegen ist.

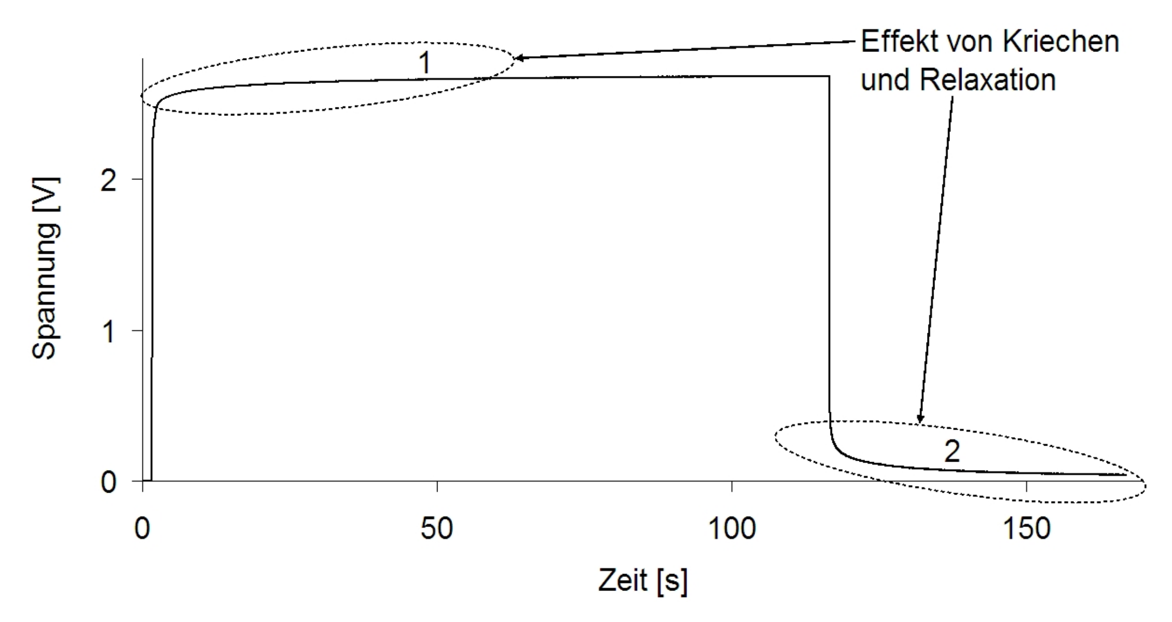


Abb. 8.21: Ausgangssignal eines PVDF-Drucksensors während einer sprungartigen Änderung des Drucks von 0 bis 200 kPa und wieder zurück bei T = 20 °C.

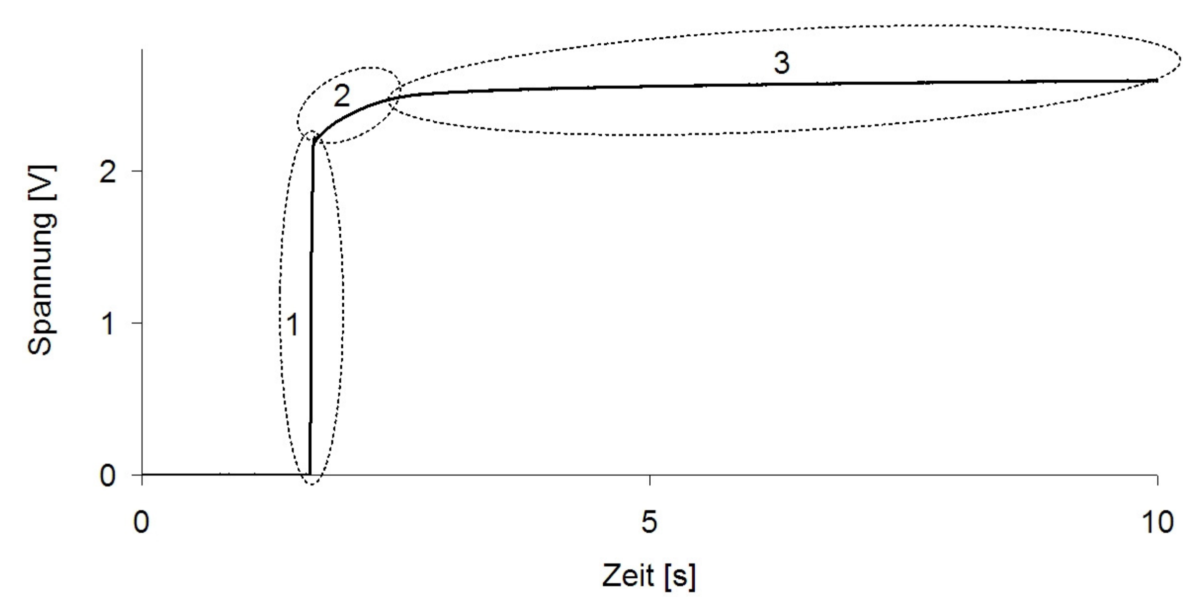


Abb. 8.22: Ausgangssignal eines PVDF-Drucksensors in den ersten Sekunden nach dem Anlegen einer konstanten Druckbelastung von 200 kPa bei T = - 40 °C.

Aus Abb. 8.21 und 8.22 folgt, dass für die Messung von Druckänderungen von weniger als ca. 1 s Dauer Relaxation und Kriechen vernachlässigt werden können. Für

die Messung von Druckänderungen, die länger als ca. 1 s dauern, sollte der Einfluss von Relaxation und Kriechen auf das Ausgangssignal berücksichtigt werden.

In Abb. 8.23 sind die Ausgangsspannungen eines PVDF-Drucksensors in den ersten Sekunden nach dem Anlegen einer konstanten Druckbelastung von 200 kPa bei Temperaturen von - 40 °C bis 40 °C dargestellt. In Abb. 8.23 ist der prozentuale Anteil von Relaxations- und Kriechspannung in der Ausgangsspannung des Druckwächters bei niedrigen Temperaturen hoch. Danach sinkt er mit steigender Temperatur und bei noch höheren Temperaturen steigt er wieder. Dieser Effekt könnte durch die Existenz von β- und α-Relaxationen in PVDF erklärt werden [Ezqu94, Lina96, Lina97, Liu97, Mano03, Mano04, Mijo97, Senc04a, Sy00].

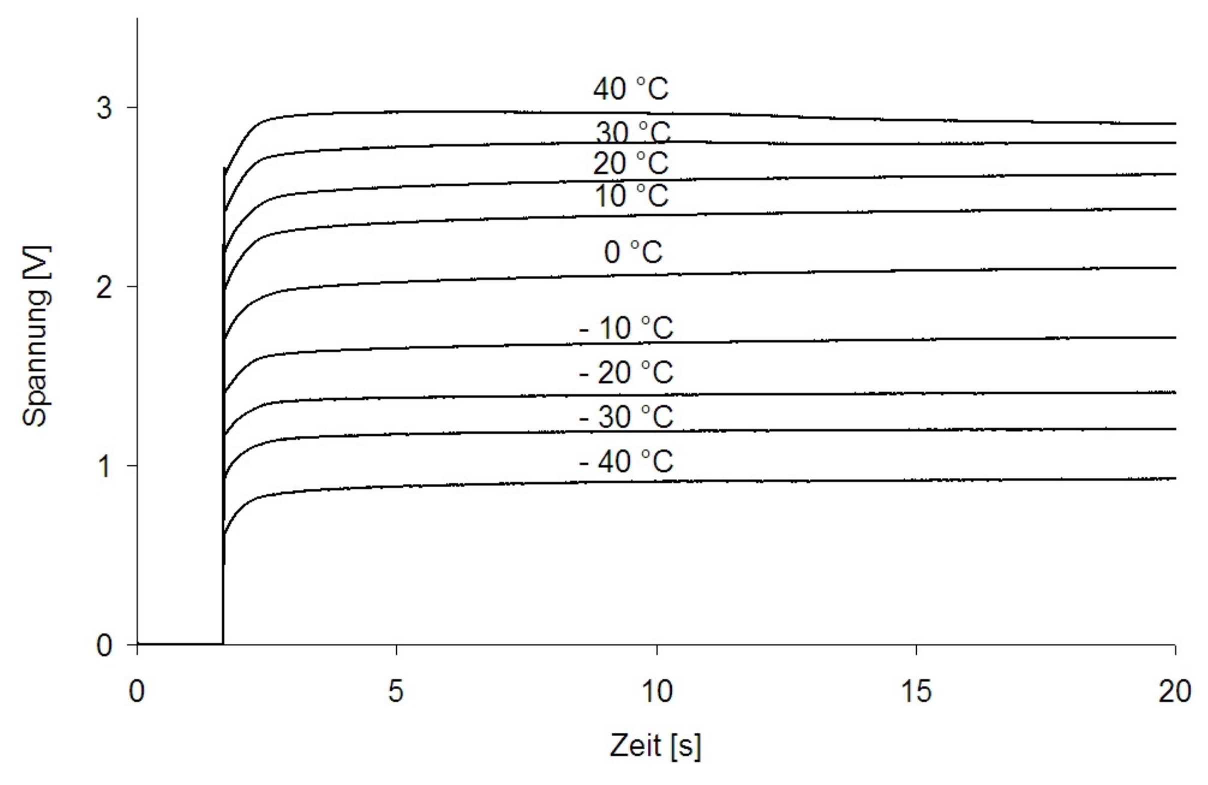


Abb. 8.23: Ausgangsspannungen eines PVDF-Drucksensors in den ersten Sekunden nach dem Anlegen einer konstanten Druckbelastung von 200 kPa bei Temperaturen von - 40 °C bis 40 °C.

Bei Temperaturen ab 30 °C wird der elektrische Widerstand der PVDF-Folie relativ gering, was zur Absenkung der Ausgangsspannung führt. Mehr über die Abhängigkeit des elektrischen Widerstands von der Temperatur wird in Kapitel 8.4.3 beschrieben.

Um den Einfluss des Drucks auf Relaxations- und Kriechverhalten von PVDF-Folie zu berücksichtigen, wurde die Ausgangsspannung eines PVDF-Drucksensors bei 200 kPa und bei 20 kPa Druckbelastung 10 s lang bei 30 °C gemessen. Es wurde festgestellt, dass die Relaxations- und Kriechspannung bei 200 kPa 16 % und bei 20 kPa 8% der durch die Druckänderung generierten Spannung beträgt. Daraus folgt, dass bei sinkendem Druck die Relaxations- und Kriechanteile in der Ausgangsspannung des PVDF-Drucksensors sinken. Deshalb wird für die Messung von kleinen Drücken keine Kompensation von Relaxations- und Kriechspannungen benötigt.

8.4.2 Kompensation von Relaxation und Kriechen mit Hilfe von elektronischen Komponenten

Bei den Messungen von großen Druckänderungen über Zeiten von mehr als ca. 1 s ist die Kompensation von Relaxations- und Kriechspannungen notwendig. Diese Kompensation kann mit Hilfe eines parallel zur PVDF-Folie bzw. am Eingang des Verstärkers angeschlossenen elektrischen Widerstands realisiert werden. Relaxations- und Kriechspannungen werden mit der Zeit durch diesen Widerstand abklingen. Die resultierende Ausgangsspannung wird dabei zu einem bestimmten Zeitpunkt ihr Maximum erreichen und danach sinken. Bei dieser Kompensationsmethode wird die maximale Druckmesszeit durch den Widerstandswert begrenzt.

Es sind auch anderen Methoden für die Kompensation von Relaxations- und Kriechspannungen mit Hilfe von elektronischen Schaltungen denkbar, z.B. kann ein elektrischer Widerstand über einen gesteuerten elektronischen Schalter für eine bestimmte Zeit parallel zur PVDF-Folie angeschlossen werden. Durch kontrollierten Abfluss von elektrischen Ladungen wird eine bessere Messgenauigkeit und längere Messzeit erreicht. Andererseits muss dabei bedacht werden, dass die Elektronik nicht zu teuer werden darf. Vom Lastenheft wird ein preiswerter Drucksensor gefordert, dieses Ziel würde verfehlt, wenn die notwendige Elektronik zu teuer wird.

8.4.3 Einfluss des Folien-Widerstands auf das Ausgangssignal

Die elektrischen Ladungen, die auf der Oberfläche der PVDF-Folie generiert werden, können über den internen elektrischen Widerstand der PVDF-Folie abfließen. Im Temperaturbereich von - 40 °C bis 20 °C ist der elektrische Widerstand der PVDF-Folie groß und sein Einfluss auf die Ausgangsspannung kann im Vergleich zu anderen Faktoren vernachlässigt werden. Bei Temperaturen über 30 °C ist der elektrische Widerstand der PVDF-Folie klein (siehe unten) und das Abfließen der elektrischen Ladungen durch diesen Widerstand kann nicht mehr vernachlässigt werden. In Abb. 8.24 sind die Ausgangsspannungen eines PVDF-Drucksensors nach dem Anlegen einer konstanten Druckbelastung von 200 kPa bei Temperaturen von 30 °C bis 90 °C dargestellt.

In Abb. 8.24 spielt der elektrische Widerstand der PVDF-Folie bei größeren Temperaturen eine wichtige Rolle. Der Einfluss von Relaxation und Kriechen auf das Ausgangssignal des Drucksensors kann dagegen vernachlässigt werden. Aus Abb. 8.24 folgt, dass der elektrische Widerstand der PVDF-Folie mit steigender Temperatur sinkt.

Der geringe elektrische Widerstand von PVDF-Folie bei hohen Temperaturen führt zum schnellen Abfließen der elektrischen Ladungen, welche durch die Druckbelastung generiert wurden. Das verursacht einen großen Messfehler, wenn sich langsam ändernde Drücke gemessen werden sollen.

Wenn der Messfehler unter 10 % liegen soll, darf das Ausgangssignal des Drucksensors während der Druckänderung nicht unter 90 % seiner Anfangsspannung absinken. Die Messungen haben gezeigt, dass der Messfehler bei 70 °C weniger als 10% beträgt, wenn der Druck sich in weniger als 4,5 s ändert. Bei 90 °C darf diese Zeit nur weniger als 0,65 s betragen. Bei höheren Temperaturen sinkt diese Zeit weiter.

Wenn eine Druckmessung über eine längere Zeit durchgeführt werden soll, kann eine größere Kapazität parallel zur PVDF-Folie angeschlossen werden. Wenn z.B. statt C_0 = 3,3 nF ein Kapazität mit 33 nF verwendet wird, steigt die Messzeit mit

weniger als 10 % Fehler bei 90 °C auf 6,5 s. Die Ausgangsspannung wird dabei allerdings 10-mal kleiner als mit 3,3 nF Kapazität. Die Abhängigkeit der maximalen Messzeit vom Widerstand der PVDF-Folie wurde in Kapitel 7.2.6 berechnet.

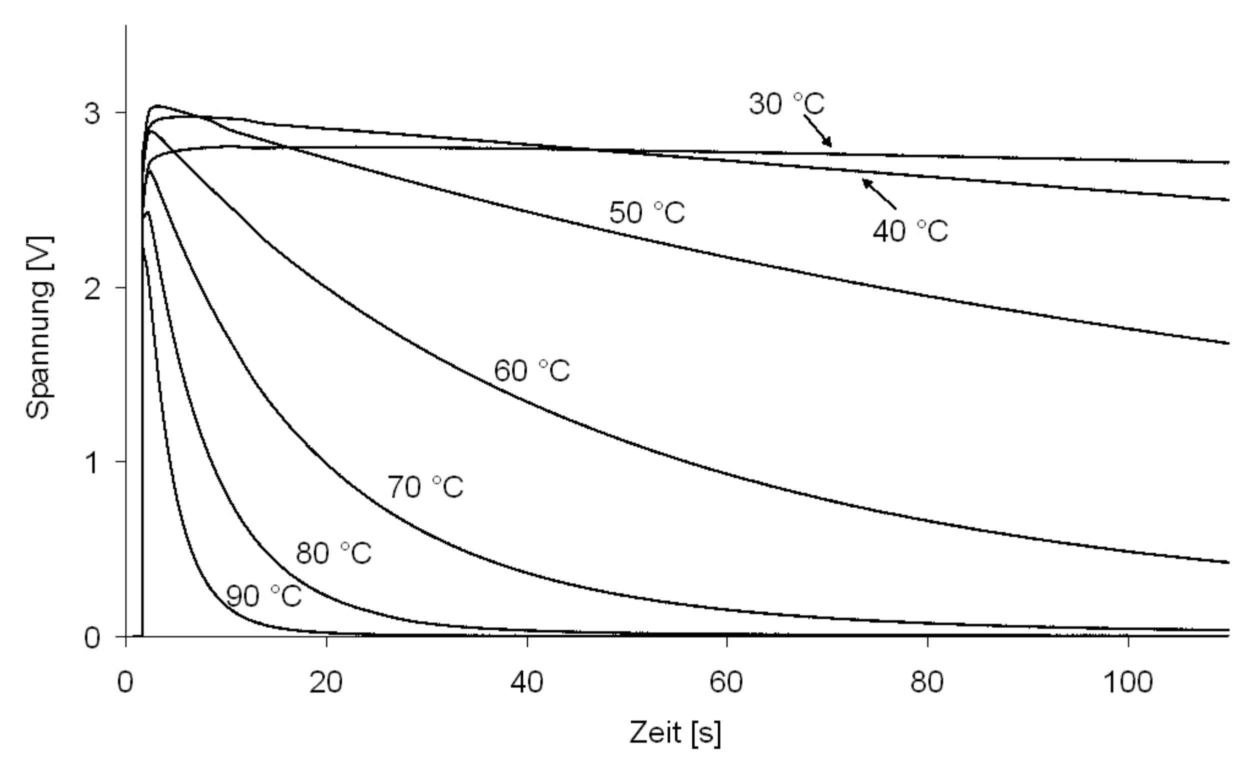


Abb. 8.24: Ausgangsspannung eines PVDF-Drucksensors nach dem Anlegen einer konstanten Druckbelastung von 200 kPa bei Temperaturen von 30 °C bis 90 °C.

Die Absenkung des elektrischen Widerstands von PVDF-Drucksensoren mit steigender Temperatur führt zur Begrenzung der maximalen Arbeitstemperatur für quasistatische Druckmessungen.

Aus Abb. 8.24 kann der elektrische Widerstand der PVDF-Folie berechnet werden. Angenommen die elektrische Spannung der PVDF-Folie bei Temperaturen über 60 °C sinkt exponentiell, dann kann die elektrische Spannung auf der PVDF-Folie mit folgender Gleichung berechnet werden:

$$U = U(\tau = 0)\, e^{-\tau/(R\ C)} \qquad (8.20)$$

Wenn die Zeit, in welcher die Spannung der PVDF-Folie bis zu einem bestimmten Wert, z.B. 30% der Anfangsspannung, sinkt, bekannt ist, kann aus Gleichung 8.20 der elektrische Widerstand R der PVDF-Folie berechnet werden (die verwendete PVDF-Folie ist 7x9 mm^2 groß, 28 µm dick, $\varepsilon_r = 12$, $C_0 = 3{,}3$ nF):

$$R = \frac{\tau_{30}}{(C_0 + C_{PVDF}) \cdot ln\left(\frac{U(\tau=0)}{0{,}3 \cdot U(\tau=0)}\right)} \approx \frac{\tau_{30}}{1{,}2 \cdot \left(3{,}3 \cdot 10^{-9} + \frac{12 \cdot 8{,}85 \cdot 10^{-12} \cdot 7 \cdot 9 \cdot 10^{-6}}{28 \cdot 10^{-6}}\right)} \approx$$

$$\approx \frac{\tau_{30}}{1{,}2 \cdot \left(3{,}3 \cdot 10^{-9} + 239 \cdot 10^{-12}\right)} \approx \frac{\tau_{30}}{1{,}2 \cdot 3{,}54 \cdot 10^{-9}} \approx 0{,}235 \cdot 10^{9} \cdot \tau_{30} \qquad (8.21)$$

Für 70 °C τ_{30} = 23 s und $R \approx 5{,}4$ GΩ. Für 90 °C τ_{30} = 3,8 s und $R \approx 0{,}9$ GΩ. Für Temperaturen höher als 40 °C sinkt der elektrische Widerstand der PVDF-Folie um den Faktor 2,5, wenn die Temperatur um 10 °C steigt. Im Temperaturbereich von

-40 °C bis 40 °C beträgt der elektrische Widerstand der PVDF-Folie mehr als 100 GΩ.

8.4.4 Abhängigkeit des elektrischen Widerstands von Spannung und Zeit

Um die Abhängigkeit des elektrischen Widerstands von der elektrischen Spannung und der Zeit zu untersuchen, wurde die in Abb. 8.25 dargestellte Messschaltung aufgebaut.

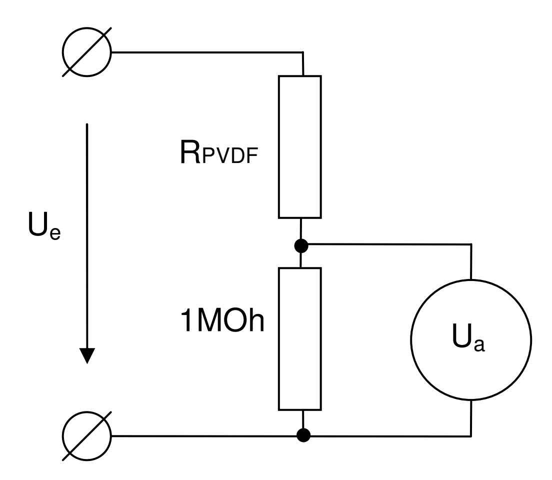


Abb. 8.25: Elektronische Schaltung für die Messung des Widerstands der PVDF-Folie.

In der dargestellten Schaltung ist die PVDF-Folie in Reihe mit einen 1 MΩ Widerstand angeschlossen. Es wurde eine 28 µm dicke, Silber beschichtete, piezoelektrische PVDF-Folie mit 39 mm Länge und 7 mm Breite verwendet. Die Spannung U_e = 10 V wird an die Widerstände angelegt und der Spannungsabfall wird über den 1 MΩ Widerstand gemessen. Der Widerstand der PVDF-Folie kann mit folgender Gleichung berechnet werden:

$$R_{PVDF} = 10^6 \left(\frac{U_e}{U_a} - 1 \right) \tag{8.22}$$

Mit Hilfe der Messschaltung können Widerstände bis maximal 1 GΩ gemessen werden. Der spezifische Widerstand der PVDF-Folie kann mit folgender Gleichung berechnet werden:

$$\rho_{e\,PVDF} = R_{PVDF} \frac{A}{t} = \frac{10^6 \, A}{t} \left(\frac{U_e}{U_a} - 1 \right) \Omega \cdot m \tag{8.23}$$

Die Messungen haben gezeigt, dass bei hohen Temperaturen der Widerstand der PVDF-Folie mit der Zeit sinkt. Bei Temperaturen unter 100 °C kann dieser Effekt vernachlässigt werden. Wenn an die PVDF-Folie eine konstante Spannung angelegt wird, steigt der Widerstand der PVDF-Folie bei hohen Temperaturen. Bei Temperaturen unter 100 °C ist dieser Effekt sehr gering.

In Abb. 8.26 ist die Änderung des Widerstands der PVDF-Folie bei 10 V angelegter Spannung und bei 120 °C dargestellt. Der Widerstand der PVDF-Folie steigt nach dem Anlegen von 10 V bei 120 °C innerhalb von 24 Stunden von 60 MΩ auf 500 MΩ. Die mit der dargestellten Messschaltung gemessenen Widerstandswerte stimmen mit den im vorherigen Kapitel gemessenen Widerstandswerten überein.

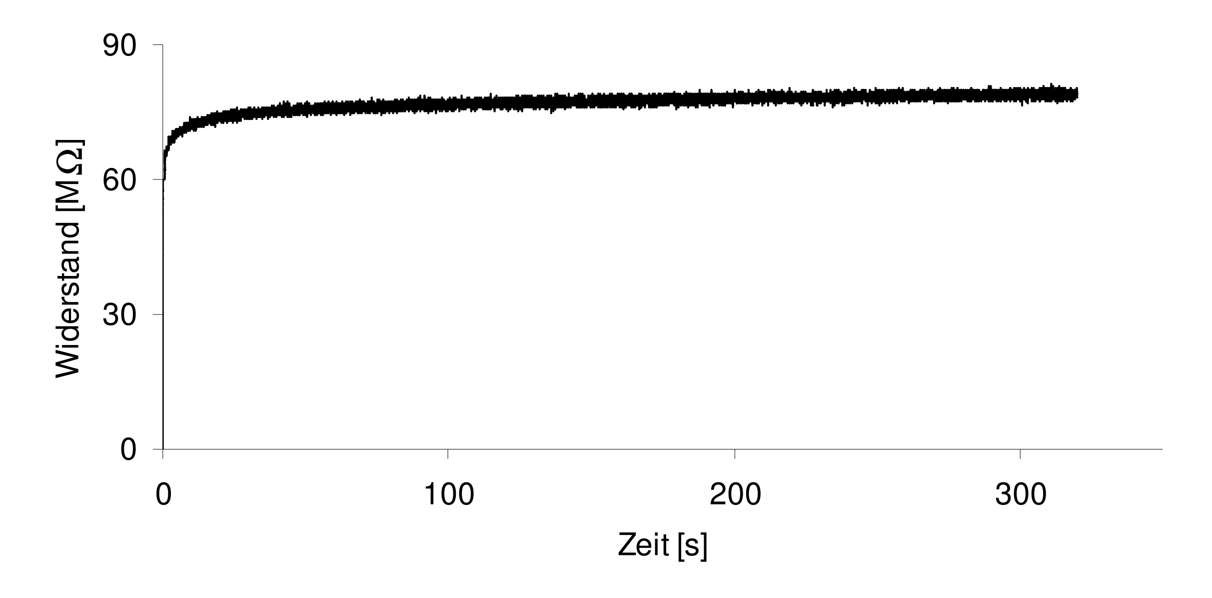


Abb. 8.26: Widerstand einer PVDF-Folie bei 120 °C nach dem Anlegen von 10 V.

8.5 Alterung

8.5.1 Alterung bei wechselnder Druckbelastung

Die Alterung von Drucksensoren wurde bei verschiedenen Drücken und Temperaturen untersucht. Es wurde festgestellt, dass die Ausgangsspannung von Drucksensoren während ihrer Alterung sinkt. Die Ausgangsspannung sinkt bei großen Temperaturen und Drücken schneller. Sie ändert sich fast nicht bei kleinen Temperaturen und Drücken. Unten sind Änderungen im Ausgangssignal des Drucksensors bei unterschiedlichen Temperaturen und Drücken dargestellt.

Die Alterung eines PVDF-Drucksensors wurde bei - 35 °C und bei Druckänderungen von 0 bis 200 kPa untersucht. Das Ausgangssignal des PVDF-Drucksensors änderte sich nach 1 Million Druckzyklen von 0 bis 200 kPa nicht (Abb. 8.27 links).

Auch nach 1 Million Druckzyklen von 0 bis 100 kPa ergab sich bei - 35 °C bzw. 20 °C (Abb. 8.27 rechts) keine Änderung.

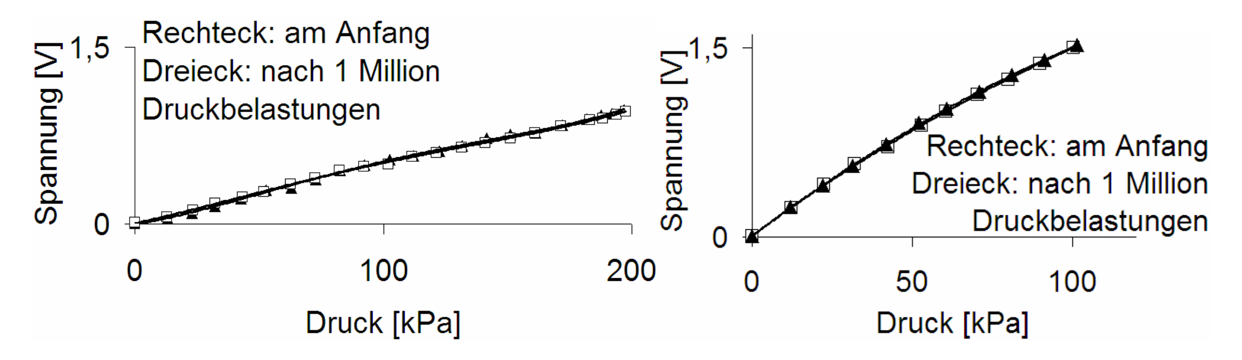


Abb. 8.27: Ausgangssignal eines neuen PVDF-Drucksensors am Anfang des Experiments und nach 1 Million Druckbelastungen von 0 bis 200 kPa bei - 35 °C (links) und nach 1 Million Druckbelastungen von 0 bis 100 kPa bei +20 °C (rechts).

Das gleiche Experiment wurde bei + 65 ℃ und Druckänderungen von 0 bis 100 kPa durchgeführt und es war eine geringfügige Änderung der Kennlinie festzustellen (Abb. 8.28 links). Das bedeutet, dass sich die Alterung von PVDF-Drucksensoren mit steigender Temperatur beschleunigt.

Die Alterung von PVDF-Drucksensoren beschleunigt sich auch mit steigenden Drücken. Dieser Effekt wurde bei + 20 ℃ und bei Druckänderungen von 0 bis 200 kPa untersucht. Das Ausgangssignal war nach 1 Million Druckbelastungen kleiner als am Anfang des Experiments (Abb. 8.28 rechts). Der Vergleich der Abb. 8.27 (rechts) und der Abb. 8.28 (rechts) ergibt, dass der Alterungsprozess sich erheblich mit steigendem Druck beschleunigt. Deshalb darf der untersuchte Drucksensor bei + 20 ℃ ohne weitere Vorkehrungen nur mit Drücken bis 100 kPa verwendet werden.

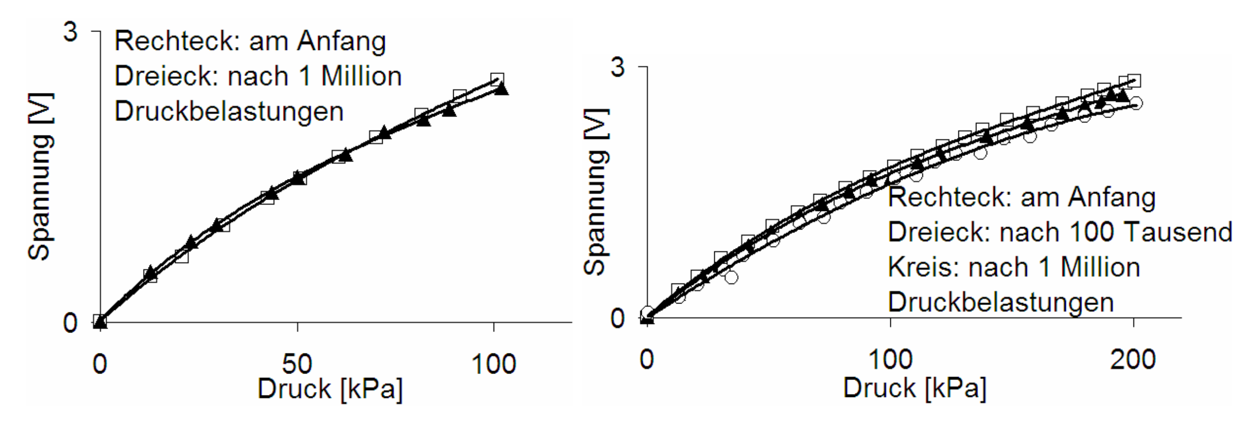


Abb. 8.28: Ausgangssignal eines neuen PVDF-Drucksensors am Anfang des Experiments und nach 1 Million Druckbelastungen von 0 bis 100 kPa bei + 65 ℃ (links) und nach 100 Tausend bzw. 1 Million Druckbelastungen von 0 bis 200 kPa bei + 20 ℃ (rechts).

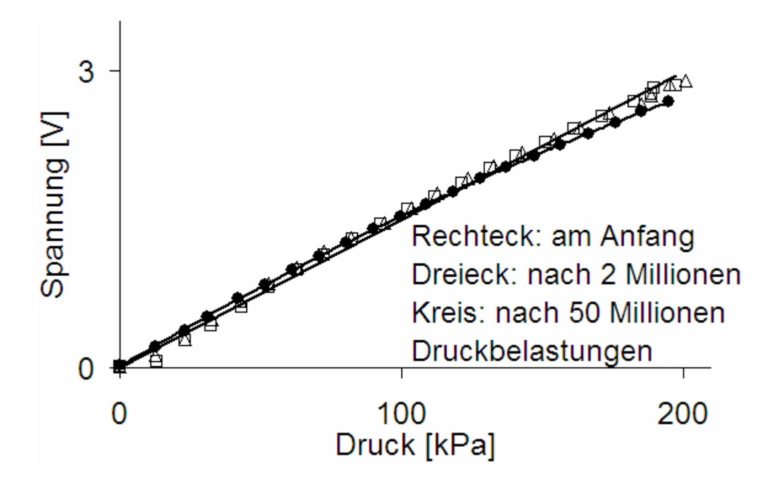


Abb. 8.29: Ausgangssignal eines neuen PVDF-Drucksensors am Anfang des Experiments, nach 2 Millionen und nach 50 Million Druckbelastungen von 0 bis 100 kPa bei Raumtemperatur.

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurde ein PVDF-Drucksensor mit 50 Millionen Druckbelastungen von 0 bis 100 kPa dreimal pro Sekunde bei Raumtemperatur beaufschlagt. Das gesamte Experiment hat länger als 7 Monate gedauert. Es konnten sehr geringfügige Änderungen in der Sensorkennlinie vor und nach dem Experiment festgestellt werden (Abb. 8.29). Diese Änderung der Kennlinie liegt innerhalb des

vom Lastenheft geforderten Toleranzrahmens von ±10%. Der Drucksensor war nach 50 Millionen Druckbelastungen in einem guten Zustand und könnte weiter benutzt werden.

8.5.2 Alterung bei einer konstanten Druckbelastung

Die Alterung von PVDF-Drucksensoren wurde auch bei 65 °C und 200 kPa konstanter Druckbelastung untersucht. Einmal pro Woche wurde die konstante Druckbelastung unterbrochen, um die Sensorkennlinie zu messen. Diese Experimente haben gezeigt, dass das Sensorsignal sich in der ersten Woche der statischen Belastung verringert und sich danach nur sehr geringfügig ändert (Abb. 8.30). Das deutet darauf hin, dass jeder Drucksensor nach der Herstellung unter einer statischen Druckbelastung gealtert werden sollte. Dadurch stellen sich während der Betriebsdauer nur noch minimale Änderungen der Kennlinie ein.

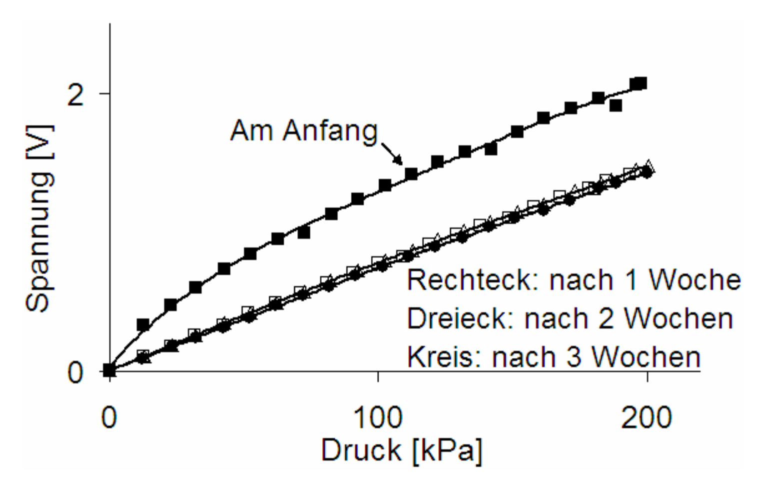


Abb. 8.30: Ausgangssignal eines neuen PVDF-Drucksensors am Anfang des Experiments, nach 1, nach 2 und nach 3 Wochen der Belastung mit konstanten 200 kPa Druck bei + 65 °C.

Die Untersuchungen von zweiachsig gestreckten, 25 µm dicken PVDF-Folien mit Gold auf Platin Beschichtung zeigten, dass diese Folien ca. dreimal schneller kriechen als bei den Experimenten mit den oben beschriebenen einachsig gestreckten 28 µm dicken, PVDF-Folien mit Silbertinte Beschichtung. Die langsamere Alterung von einachsig gestreckten PVDF-Folien kann an folgenden Gründen liegen:

1) Die einachsig gestreckte Folie ist dicker als die zweiachsig gestreckte Folie, und dickere Folien kriechen langsamer und können eine größere Druckbelastung aushalten;
2) die einachsig gestreckte Folie hat eine dickere Metallbeschichtung als die zweiachsig gestreckte Folie (6 µm Silbertintebeschichtung gegenüber 70 nm Gold auf Platin Beschichtung auf jeder Folienseite). Die dickere Metallbeschichtung gibt der Folie eine bessere mechanische Stabilität;
3) die einachsig gestreckten PVDF-Folien haben in Streckrichtung eine größere Streckfestigkeit und können deshalb einen größeren Druck aushalten.

Die Alterung von PVDF-Drucksensoren wird langsamer wenn dickere PVDF-Folien mit kleineren Durchmessern der Sensorfläche benutzt werden.

8.6 Vergleich von Messergebnissen mit theoretisch berechneten Kennlinien

Kennlinien von Drucksensoren mit 28 µm dicken PVDF-Folien mit 4 mm Durchmesser wurden mit in Kapitel 7.2.3 berechneten Kennlinien verglichen. Die experimentellen und theoretischen Kennlinien für -20 °C, 20 °C und 60 °C sind in Abbildung 8.31 dargestellt.

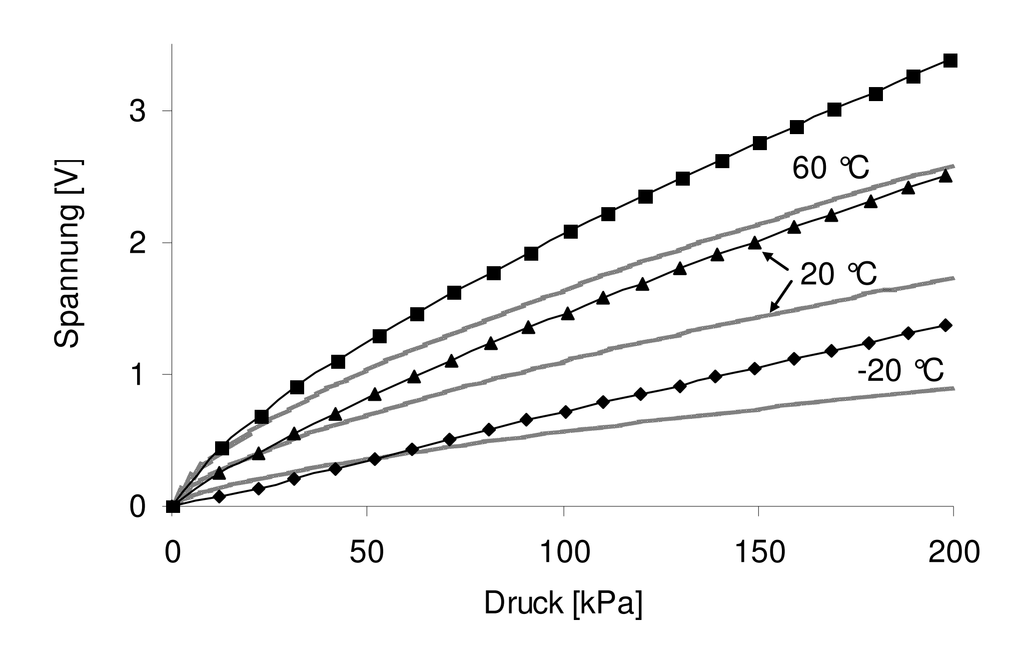


Abb.8.31: Theoretisch berechnete und experimentell ermittelte Sensorkennlinien bei unterschiedlichen Temperaturen.

Die theoretisch berechneten Kennlinien haben eine kleinere Amplitude und ähnliche Form wie die gemessenen Kennlinien. Die Unterschiede in der Amplitude und Form von gemessenen und berechneten Kennlinien können daran liegen, dass reale PVDF-Folien anisotrop sind und die theoretischen Kennlinien wurden unter der Annahme berechnet, dass die PVDF-Folien isotrop sind. Die größere Amplitude der gemessenen Kennlinien kann auch daran liegen, dass die PVDF-Folien größere piezoelektrische Module und größere Elastizitätsmodule haben, als in den theoretischen Berechnungen angenommen wurde. Der Unterschied in Form von gemessenen und berechneten Kennlinien kann daran liegen, dass die Abhängigkeit der piezoelektrischen Module und Elastizitätsmodule von den mechanischen Spannungen in der PVDF-Folie während der Berechnung der theoretischen Kennlinie nicht berücksichtigt wurde.

8.7 Drucksensoren mit 515 µm dicker PVDF-Folie

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurden Drucksensoren mit 515 µm dicker, piezoelektrischer PVDF-Folie untersucht. Diese Folie war beidseitig mit 10 µm Kupferschicht beschichtet. Diese PVDF-Folie wurde bei Airmar Technology Corp. hergestellt [AIRM99]. Die dicke PVDF-Folie hat den Vorteil, dass sie auch höhere Drücke aushalten kann. Der mit Gleichung 8.12 berechnete, maximale Arbeitsdruck für Drucksensoren mit 515 µm dicker PVDF-Folie mit 4 mm Durchmesser beträgt ($\sigma_V = 0$):

$$\Delta P_{max} \approx \frac{t\,\sigma_{Y2}}{R_{L1}}\sqrt{(\sigma_{Y2}-\sigma_V)\frac{1-\nu^2}{E}} \approx 2 \text{ MPa}$$

Dieser Druck ist ca. 18-mal größer als der maximale Arbeitsdruck von Drucksensoren mit 28 µm dicker PVDF-Folie. Das Ausgangssignal des Drucksensors mit der 515 µm dicken Folie wurde bei Drücken bis 470 kPa gemessen (Abb. 8.32). Die Drucksensoren mit 28 µm und 25 µm dicker PVDF-Folie haben allerdings eine viel bessere Empfindlichkeit und Auflösung als die Drucksensoren mit 515 µm dicken Folien. Das Ausgangssignal von Drucksensoren mit 515 µm dicken PVDF-Folien ist gering. Deshalb sind diese Drucksensoren empfindlich gegenüber elektromagnetischen Störungen. Die Kennlinie in Abb. 8.32 ist anders als die Kennlinien der dünnen Folien zunehmend steigend. Der Grund für dieses Verhalten ist vermutlich, dass in einer dicken Folie die Biegemomente am Folienrand eine größere Rolle spielen, während dünne Folien vor allem entlang ihrer neutralen Faser gedehnt werden.

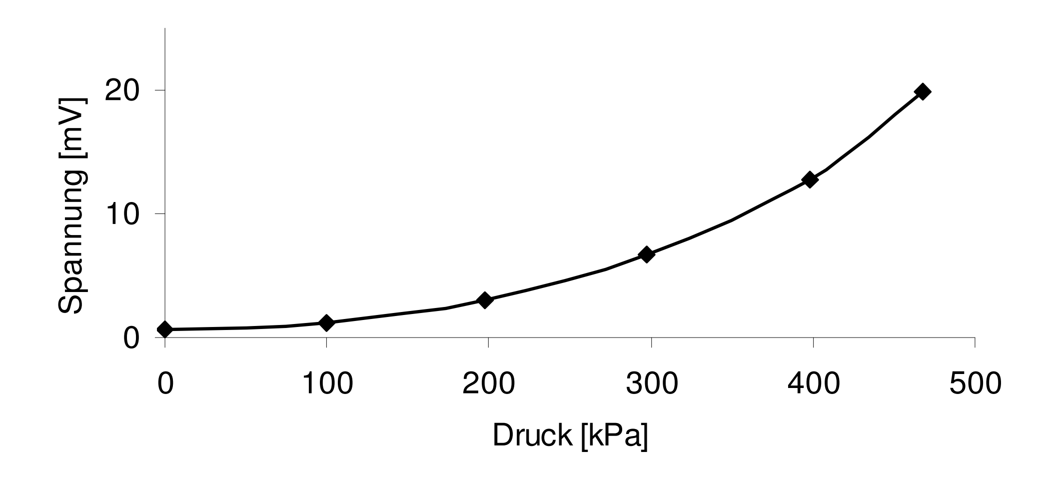


Abb. 8.32: Ausgangssignal eines Drucksensors mit 515 µm dicker PVDF-Folie.

8.8 Zustandüberwachung von pneumatischen Ventilen mit Hilfe von Druckwächtern

PVDF-Druckwächter können für die Überwachung der Ventilfunktion am Eingang, am Ausgang oder zwischen dem Eingang und dem Ausgang von Ventilen eingebaut werden. Mehr über den Einbau von Druckwächtern in Ventilen ist in Kapitel 2 beschrieben. PVDF-Druckwächter mit relativ großen Abmessungen können außerhalb des Ventils montiert werden. PVDF-Druckwächter mit kleinen Abmessungen können direkt in ein Ventil eingebaut werden. Wenn die Druckänderung am PVDF-Druckwächter eine bestimmte Schwelle überschreitet, wird am Ausgang des Druckwächters ein Signal ausgegeben.

Die Möglichkeit, mit Hilfe eines PVDF-Druckwächters die Funktion eines Ventils zu kontrollieren, wurde mit Hilfe eines Demonstrators gezeigt. Ein im Rahmen der vorliegenden Arbeit entwickelter Demonstrator ist in Abb. 8.33 dargestellt. Die schematische Darstellung des Demonstrators ist in Abbildung 8.34 dargestellt.

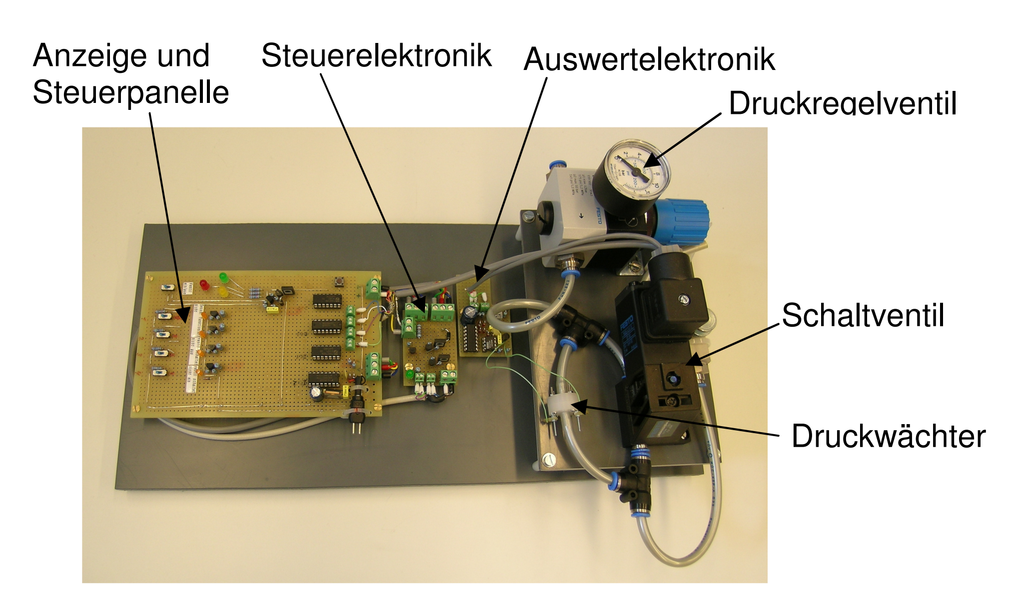


Abb. 8.33: Demonstrator für die Überwachung von Ventilen mit Hilfe von PVDF-Druckwächtern.

Der Demonstrator kann unterschiedliche Fehlerzustände des Ventils simulieren, z.B. das Ventil schaltet nicht ein, wenn das entsprechende Schaltsignal anliegt, das Ventil schaltet nicht aus, wenn das entsprechende Schaltsignal anliegt, der Druckwächter funktioniert nicht (Ausgangssignal ist Null), der Druck in der Leitung ist zu niedrig. Der PVDF-Druckwächter wird mit der elektrischen Spannung vom Ventil versorgt. Das heißt, es kann nur dann funktionieren, wenn das Ventil eingeschaltet ist. Damit der Druckwächter auch kurz nach dem Ausschalten des Ventils Druckänderungen messen kann, wird die elektrische Spannung für den Druckwächter durch eine Kapazität versorgt. Die Auswertelektronik der Druckwächter muss auf eine bestimmte Druckschwelle eingestellt werden. Wenn die Druckänderung am Druckwächter diese Druckschwelle überschreitet, generiert der Druckwächter ein Ausgangssignal.

Experimente mit dem Demonstrator haben gezeigt, dass der PVDF-Druckwächter zuverlässig funktioniert und alle oben dargestellten Fehlzustände zuverlässig feststellen kann.

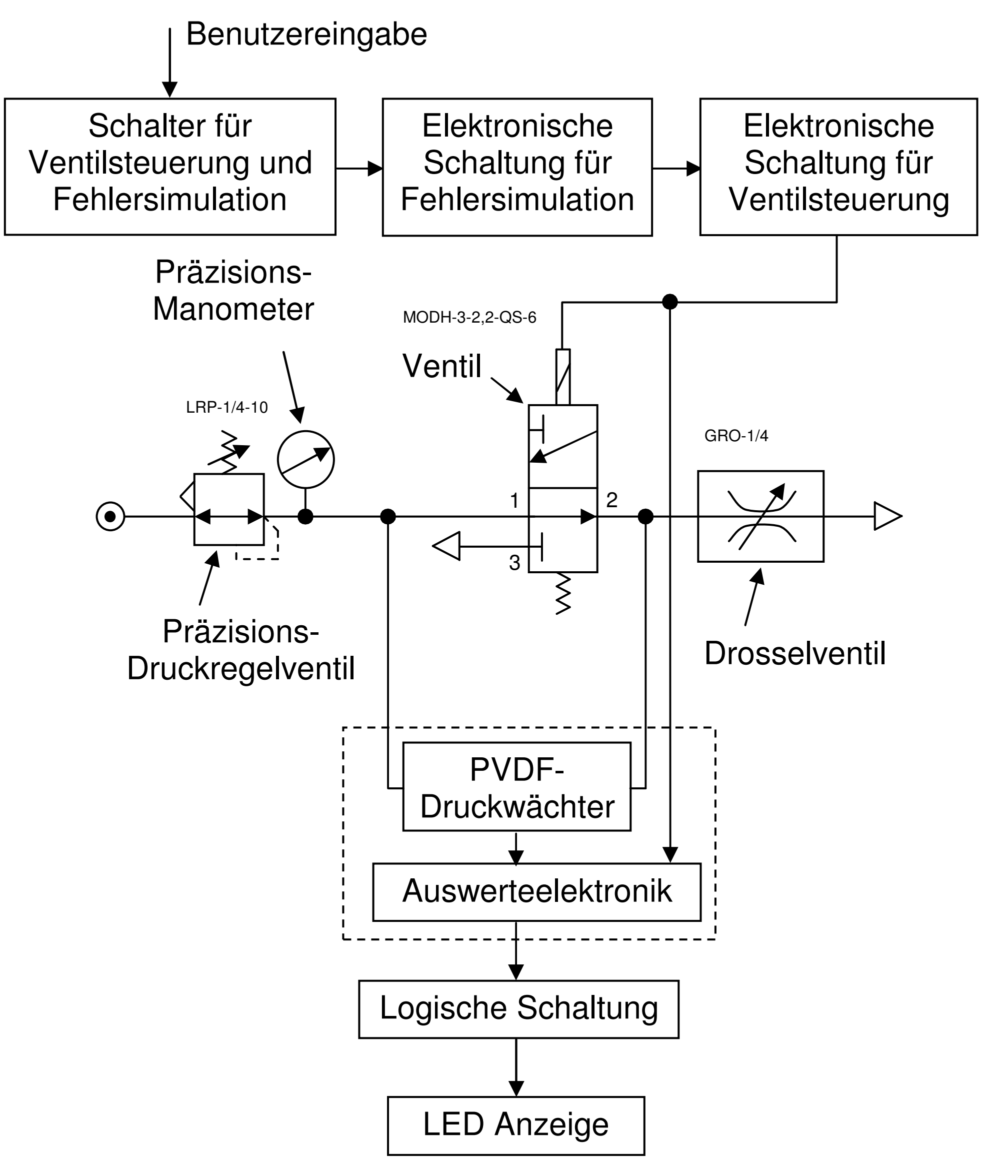


Abb. 8.34: Schematische Darstellung des Demonstrators.

8.9 Zusammenfassung

Die im Rahmen der vorliegenden Arbeit untersuchten Drucksensoren besitzen folgende Eigenschaften:

1) die Sensoren können für die Druckmessung in Gasen und in Flüssigkeiten eingesetzt werden;
2) sie haben eine sehr kurze Messzeit, die nur Bruchteile vom Mikrosekunden beträgt;
3) dank Ihrer kurzen Messzeit und niedrigen Dämpfung können diese Drucksensoren periodische Druckänderungen im Bereich von Schall- und Ultraschallfrequenzen messen;
4) sie können bei Temperaturen von - 40 °C bis + 120 °C verwendet werden, eine Temperaturkompensation ist allerdings in den meisten Fällen notwendig;
5) die PVDF-Drucksensoren können von 0 bis 100 % relativer Feuchte verwendet werden, die Veränderung der Kennlinie liegt dabei bei weniger als 10 %;

6) PVDF-Drucksensoren sind gegenüber vielen starken Säuren, Lösungsmitteln und anderen Chemikalien chemisch innert. Die Chemikalien können als Druckmedien direkten Kontakt mit dem Sensorelement und Sensorgehäuse haben. Die Kennlinie muss allerdings in der Regel auf das jeweilige Medium kalibriert werden;
7) PVDF-Drucksensoren haben bei niedrigen Temperaturen eine sehr lange Lebensdauer. Bei Raumtemperatur können PVDF-Drucksensoren mehr als 50 Millionen Druckbelastungen aushalten;
8) bei hohen Temperaturen haben PVDF-Drucksensoren eine geringere Lebensdauer als bei niedrigen Temperaturen. Sie können z.B. bei +65 °C mehr als 1 Million Druckbelastungen aushalten;
9) PVDF-Drucksensoren können bei niedrigen Temperaturen (von -40 °C bis +30 °C) quasistatische Druckänderungen einige Minuten lang messen;
10) bei hohen Temperaturen können PVDF-Drucksensoren langsame Druckänderungen nicht messen (z.B. bei 90 °C darf die Messzeit nicht mehr als 0,65 s betragen);
11) bei der Messung von quasistatischen Druckänderungen muss der Effekt von Kriechen und Relaxation von PVDF-Folien berücksichtigt und nach Bedarf kompensiert werden;
12) die Sensoren können mit kleinen Abmessungen und Gewicht gebaut werden. Der Durchmesser des kleinsten gebauten PVDF-Drucksensors betrug 4 mm, seine Höhe 5 mm und seine Masse ca. 50 mg.

9 Zusammenfassung und Ausblick

Ziel

Ziel der vorliegenden Arbeit war die Entwicklung von Drucksensoren für die Überwachung von pneumatischen und hydraulischen Ventilen. Diese Sensoren sollten eine besonders gute Zuverlässigkeit, Langlebigkeit, einen breiten Arbeitstemperaturbereich haben und chemisch innert sein. Eine weitere Anforderung an die Drucksensoren war ein niedriger Preis und eine einfache Herstellung. Die Drucksensoren sollten einen niedrigen Preis haben, weil sie viel preisgünstiger sein müssen als die Ventile, die sie kontrollieren sollen. Durch einfache Herstellungsverfahren sollen diese Drucksensoren auch in kleinen Serien kostengünstig hergestellt werden können, weil nur geringe Investitionen in die Produktionsanlagen erforderlich sind.

Vorgehensweise

Die Analyse verschiedener Konzepte führte darauf, den Drucksensor aus Polymeren herzustellen, weil Komponenten aus Polymeren kostengünstig und einfach hergestellt werden können. Dabei sollten Sensorelement und Sensorgehäuse aus demselben Polymer bestehen. Dadurch wird die Kennlinie weniger von der Temperatur beeinflusst, weil Sensorelement und Gehäuse die gleiche thermische Dehnung haben. Als Polymer wurde PVDF ausgewählt, weil es piezoelektrisch ist, nur wenig zum Kriechen neigt und eine sehr gute Beständigkeit gegenüber den meisten Chemikalien aufweist wie u.a. starken Säuren, Laugen und Lösungsmitteln.

Drucksensoren aus PVDF bestehen im Allgemeinen aus drei Teilen: einer metallbeschichteten piezoelektrischen PVDF-Folie, einem PVDF-Gehäuse und einer Auswerteelektronik.

Die daraufhin entwickelten PVDF-Drucksensoren wurden detailliert analysiert. Folgende Parameter der Sensoren wurden gemessen: Die Kennlinie, Linearität, Hysterese, Wiederholbarkeit, Auflösung, Empfindlichkeit, Ansprechzeit, Resonanzfrequenz der PVDF-Folie, Berstdruck, der maximale Arbeitsdruck, Arbeitstemperatur- und Arbeitsfeuchtigkeitsbereich, Querempfindlichkeiten gegenüber Temperatur und Feuchtigkeit, Einfluss von Kriechen, Relaxation und elektrischem Widerstand der PVDF-Folie auf das Ausgangssignal, Änderung des Ausgangssignals (Alterung des Drucksensors) nach langzeitiger konstanter und wechselnder Druckbelastung bei unterschiedlichen Temperaturen, Verhalten von Drucksensoren nach dem Eintauchen in unterschiedliche starke Säuren und Lösungsmittel, usw. Der Einfluss des Verschweißens von Membran und Gehäuse auf die Eigenschaften der Kennlinien wurde untersucht und die Eigenschaften von PVDF-Drucksensoren bei der Druckmessung in Wasser und in Luft wurden mit einander verglichen. Die Eignung der Sensoren für die Überwachung von pneumatischen Ventilen wurde mit einem Demonstrator untersucht.

Zusammenfassende Ergebnisse

Die im Rahmen dieser Arbeit entwickelten Drucksensoren wurden erfolgreich für die Druckmessung in Gasen und Flüssigkeiten verwendet. Drucksensoren mit 28 µm dicker PVDF-Folie mit 4 mm Durchmesser wurden in einem Arbeitsdruckbereich von 0 bis 200 kPa getestet. Es wurde gezeigt, dass der Berstdruck des Sensors mehr als

1,2 MPa beträgt. Der maximale Arbeitsdruck und Berstdruck sind proportional zur Dicke und umgekehrt proportional zum Durchmesser der PVDF-Folie. Der Durchmesser der kleinsten realisierten Drucksensoren betrug 4 mm, ihre Länge 5 mm und ihre Masse ca. 50 mg.

PVDF-Drucksensoren können bei Temperaturen von - 40 °C bis + 120 °C und bei einer relativen Feuchte von 0 bis 100 % verwendet werden. Eine Temperaturkompensation ist in den meisten Fällen notwendig.

PVDF-Drucksensoren haben bei niedrigen Temperaturen eine sehr lange Lebensdauer. Bei Raumtemperatur hielten diese Sensoren mehr als 50 Millionen Druckbelastungen von zwischen 0 und 100 kPa aus. Bei erhöhten Temperaturen zeigte sich eine geringere Lebensdauer. Sie konnten z.B. bei +65 °C mehr als 1 Million Druckbelastungen von 0 auf 100 kPa aushalten.

Die entwickelten PVDF-Drucksensoren konnten bei niedrigen Temperaturen (von -40 °C bis +30 °C) quasistatische Druckänderungen einige Minuten lang messen. Bei hohen Temperaturen können sie langsame Druckänderungen nicht messen (z.B. darf die Messzeit bei 90 °C nicht mehr als 0,65 s betragen).

Die Sensoren sind gegenüber vielen starken Säuren, Lösungsmitteln und anderen Chemikalien chemisch innert. PVDF-Folien wurden für eine Woche bei Raumtemperatur in Tetrahydrofuran (mind. 99 %), Chloroform (mind. 99 %), Ethanol (mind. 99 %), Trichlorethylen (mind. 99 %), Schwefelsäure (95 % - 97 %) eingetaucht und konnten weiterhin in Drucksensoren für die Ventilüberwachung verwendet werden. Die Kennlinie musste allerdings in der Regel auf das jeweilige Medium kalibriert werden.

Die gemessene Ansprechzeit der PVDF-Drucksensoren betrug weniger als 0,1 ms. Nach Literaturangaben können PVDF-Folien für die Messung von Signalen bis 2 GHz verwendet werden, was einer Ansprechzeit von wenigen Nanosekunden entspricht.

Experimente mit einem Demonstrator haben gezeigt, dass der PVDF-Druckwächter zuverlässig funktioniert und alle simulierten Fehlzustände des Ventils zuverlässig feststellen kann.

Der Preis der PVDF-Drucksensoren wurde soweit möglich abgeschätzt. Er setzt sich aus folgenden Anteilen zusammen: PVDF-Folie (10 – 20 Cent), PVDF-Gehäuse (je nach Größe 5 – 25 Cent), Elektronische Komponenten und Anschlüsse (1 – 2 €). Der Preis der Sensorfertigung konnte nicht abgeschätzt werden, weil er von den jeweiligen Gegebenheiten beim Hersteller stark abhängt. Bei einer Herstellung in großen Mengen kann der Preis der Sensorkomponenten noch geringer ausfallen.

Ausblick

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurde ein Sensor entwickelt, mit dem Druckänderungen mithilfe des piezoelektrischen Effektes gemessen werden. Einer der herausragenden Vorteile dieses Sensorkonzeptes ist es, dass ohne weiteres Ausgangsspannungen von mehreren Volt erreicht werden. Nachteilig ist jedoch, dass statische Drücke nicht gemessen werden können.

Statische Drücke können mit dem hier vorgestellten Sensor auch gemessen werden, wenn der umgekehrte piezoelektrische Effekt genutzt wird, um die Sensormembran in mechanische Schwingungen zu versetzten und die Resonanzfrequenz der Mem-

bran zu messen. Die Resonanzfrequenz ist proportional zur Druckdifferenz über der Membran. Bedacht werden müsste dabei, dass nicht nur die Druckdifferenz über der Membran sondern auch eine ganze Reihe anderer Effekte Einfluss auf die Resonanzfrequenz haben, wie z.B. die Temperatur, das Aussenden von Schallsignalen, die Dichte des umgebenden und mitschwingenden Mediums und Ablagerungen auf der Membran.

In der Literatur finden sich auch Ansätze, die Resonanzfrequenz von Dickenschwingungen einer piezoelektrischen Folie zu messen [Chiu06]. Mit steigender Druckbelastung und mechanischer Spannung wird die Folie dünner und die Schallgeschwindigkeit in der Folie nimmt ab, sodass die Frequenz der Dickenschwingungen ein Maß für die Druckbelastung der Membran ist.

Drucksensoren können nicht nur aus PVDF, sondern auch aus anderen piezoelektrischen Polymeren hergestellt werden, z.B. aus Nylon, Polyvinylidenchlorid (PVC), PVAc, P(VDCN-VAc), Polyacrylnitril (PAN), PPEN, Nitril-substituiertes Polyimid (ß-CN)APB/ODPA, aliphatisches Polyurethan, Liquid-crystalline Polymer (LCP), Polyharnstoffe (Polyureas), Biopolymere, usw. Drucksensoren aus anderen Polymeren können möglicherweise geringere Temperaturabhängigkeiten, größere maximale Arbeitstemperaturen oder andere Vorteile gegenüber PVDF aufweisen. Z.B. besitzen Polyharnstoffe piezoelektrische Eigenschaften bis 200 °C.

Drucksensoren können nicht nur aus piezoelektrischen, sondern auch aus piezoresistiven Polymeren, z.B. aus Poly-3,4-Ethylendioxythiophen (PEDT) hergestellt werden. Piezoresistive Membranen würden wie piezoelektrische Membranen auch ein temperaturabhängiges Signal liefern, das entsprechend kompensiert werden müsste. Allerdings könnten solche Membranen unter Umständen über einen größeren Temperaturbereich eingesetzt werden und statische Drücke messen.

Durch entsprechende Zusätze wie z.B. Ruß oder Nickelteilchen leitfähig gemachte Polymere könnten ihren elektrischen Widerstand beim Erreichen einer vorgegebenen Druckschwelle schlagartig ändern. Dazu müsste das Polymer bis dicht oberhalb der Perkulationsschwelle gefüllt sein. Die Perkulationsschwelle ist diejenige Konzentration an leitfähigem Bestandteil, bei der das Polymer anfängt leitfähig zu werden. Bei einer genügend großen Dehnung verlieren die leitfähigen Bestandteile den Kontakt zu einander und der elektrische Widerstand steigt sehr stark.

Um die Kosten für die Herstellung von Drucksensoren zu senken, könnten in Zukunft Drucksensoren vollständig aus Polymeren hergestellt werden. Dabei könnten Sensorelement, Sensorgehäuse und Sensorelektronik aus Polymeren hergestellt werden. Die Forschung in Polymerelektronik entwickelt sich in den letzten Jahren sehr rasant und es ist zu erwarten, dass in der nahen Zukunft marktfähige mikroelektronische Komponenten hergestellt werden. Polymerdrucksensoren könnten dann unter Umständen zusammen mit solchen mikroelektronischen Komponenten in einem Herstellungsschritt kostengünstig gefertigt werden.

10 Literaturverzeichnis

[@acou] Website: http://www.acoustics.co.uk/PVdFproperties.pdf, Stand 21 November 2006.

[@atla] Website: http://www.atlasmin.com/products/ccm/data_sheets/4-5002--8-00.pdf, Stand 21 November 2006.

[@buer] Website: http://www.buerkle.de/eng/d2-1.php, Stand 21 November 2006.

[@ensi] Website:http://www.ensinger.ltd.uk/docs/datasheets/TECAFLON%20PVDF.pdf, Stand 21 November 2006

[@good] Website: http://www.goodfellow.com, Stand 21 November 2006

[@plas] Tecaflon PVDF, Plastics International, 7600 Anagram Drive – Eden Prairie, MN 55344, USA, http://www.plasticsintl.com/datasheets/1206426487PVDF.pdf, Stand 21 November 2006

[@zeus] Website: http://www.zeusinc.com/chem_pvdf.asp, Stand 21 November 2006.

[AIRM99] Properties of AIRMAR Piezo*f* LEX™ Piezoelectric Polymer, AIRMAR Technology Corporation, 35 Meadowbrook Drive, Milford, New Hampshire 03055-4613 USA, July 1999

[Arsh00] K. I. Arshak, D. McDonagh and M. A. Durcan, "Development of new capacitive strain sensors based on thick film polymer and cermet technologies," Sensors and Actuators A, vol. 79, 2000, pp. 102 - 114.

[Arsh05] A. Arshak, K. I. Arshak, D. Morris, O. Korostynska and E. Jafer, "Development Of PVDF Thick Film Interdigitated Capacitors For Pressure Measurement On Flexible Melinex Substrates," presented at MRS Spring Meeting, San Francisco, 2005.

[Arsh06a] K. Arshak, D. Morris, A. Arshak, O. Korostynska and K. Kaneswaran, Investigation into the pressure sensing properties of PVDF and PVB thick film capacitors, 29th International Spring Seminar on Electronics Technology ISSE 2006, 10-14 May 2006, St. Marienthal, Germany, p.140.

[Arsh06b] K. Arshak, D. Morris, A. Arshak, O. Korostynska, E. Jafer, D. Waldron, J. Harris, Development of polymer-based sensors for integration into a wireless data acquisition system suitable for monitoring environmental and physiological processes, Biomolecular Engineering 23 (2006) pp. 253–257

[Aya97] Aya T. and Nakayama T., JSME Int. J. 40(3): 343-348 (1997)

[Baad89] Baader Helmut Dr., Dipl.-Phys.: Mehrfach Druckschalter, Europäischer Patent Nummer: EP0347904 A2, Anmelder: Elektromanufaktur Zangenstein, Hanauer GmbH & Co., Veröffentlichungstag der Anmeldung: 27.12.89, Patentblatt 89/52.

[Barb03] R. Barbosa, J. A. Mendes, V. Sencadas, J. F. Mano and S. Lanceros-Mendez: Chain Reorientation in β-PVDF Films Upon Transverse

Mechanical Deformation Studied by SEM and Dielectric Relaxation, Ferroelectrics, 294, pp. 73–83, 2003

[Bars89] M. F. Barsky, D. K. Lindner, R. O. Claus: Robot Gripper Control System Using PVDF Piezoelectric Sensors, IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control, Vol. 36. No. 1, January 1989

[Bihl90] Eckardt Bihler, Stabilität des Piezoeffekts in Polyvinylidenfluorid (PVDF), Fortschrittberichte VDI, Reihe 21: Elektrotechnik, Nr. 62, Stuttgart, ISBN 3-18-146221-7, 1990

[Bind04] Operating Manual, APT.Line Series BD / ED / FD (E2), Microbiological Incubator, Heating Oven, Drying Oven with R3 Controller, BINDER GmbH, 78502 Tuttlingen, Germany, April 2004

[Bloc06] Block Direkt Katalog, Block Transformatoren-Elektronik GmbH & Co. KG, Max-Planck-Straße 36–46, 27283 Verden Germany, 2006

[Bowe94] Bower Robert W., Mohd S. Ismail: Digital Pressure Switch and Method of Fabrication, US Patent Number: US005294760, Assignee: The Regents of the University of California, Oakland California, Date of Patent: 15.03.1994.

[Bred95] Bredow, Wolfgang: Mehrstufenschalter, Europäische Patent Nummer: EP740844, Anmelder: NBB Nachrichtentechnik GMBH & CO. KG, Veröffentlichungstag der Anmeldung: 17.01.1995.

[Celi05a] M. Celina, T.R. Dargaville, R.A. Assink, J.W. Martin: Selection and Optimization of Piezoelectric Polyvinylidene Fluoride Polymers for Adaptive Optics in Space Environments, High Performance Polymers, Vol. 17, No. 4, 575-592 (2005)

[Celi05b] Mathew C. Celina, Tim R. Dargaville, Pavel M. Chaplya, Roger L. Clough: Piezoelectric PVDF Materials Performance and Operation Limits in Space Environments, Materials Research Society, Mater. Res. Soc. Symp. Proc. Vol. 851, 2005

[Chan89] Chan, H.L.W. Ramelan, A.H. Guy, I.L. Price, D.C.: VF_2/VF_3 Copolymer Hydrophone for Ultrasonic Power Measurements, Ultrasonics Symposium 1989 Proceedings, IEEE 1989, Montreal, Canada, 3-6 Oct. 1989

[Chiu06] Chiu G. S., Chen H. R. and Huang R. S.: Film Bulk Acoustic-Wave Resonator Pressure Sensor, Poster M2B-P16, v.1, pp. 82-83, 20th Eurosensors Conference, Göteborg, Sweden, 17 – 20 September 2006.

[Comy85] J. Comyn, Polymer Permeability, Elsevier Applied Science Publishers, 1985

[Darg05a] Tim R. Dargaville, Mathew Celina , Pavel M. Chaplya: Evaluation of piezoelectric poly(vinylidene fluoride) polymers for use in space environments. I. Temperature limitations, 2005 Wiley Periodicals, Inc., Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics, Volume 43, Issue 11, Pages1310-1320, 2005

[Darg05b] Tim R. Dargaville, Mathew Celina, Jeffrey W. Martin, Bruce A. Banks: Evaluation of piezoelectric PVDF polymers for use in space environments. II. Effects of atomic oxygen and vacuum UV exposure, 2005 Wiley Periodicals, Inc., Journal of Polymer Science Part B: Polymer

Physics, Volume 43, Issue 18, Pages 2503-2513, 2005

[Darg06] T.R. Dargaville, M. Celina, R.L. Clough: Evaluation of vinylidene fluoride polymers for use in space environments: Comparison of radiation sensitivities, Radiation Physics and Chemistry, 75, pp. 432-442, 2006

[Dest84] Destruel P., Rojas F.S., Tougne D., and Hoang-The-Giam, J. Appl. Phys. 56(11): 3298-3303 (1984)

[Drec03] Rainer Drechsler, Wolfgang Lukasczyk: Pressure Switch, US Patent Number: US 2003/0089176 A1, Publication Date: 15.05.2003.

[Dvor87] Dvorsky James E., Kelley Brian A., Mccown Robert B., Renner G. Frederick: Active tactile sensor apparatus and method, European Patent Number: EP0235494 (A1), Applicant: Battelle Memorial Institute (US), Date of Publication: 9 September 1987

[Ezqu94] T.A. Ezquerra, F. Kremer, F.J. Baltà-Calleja, E.L. Cabarcos, J. Polym.: Sci. Polym. Phys. 32 (1994) 1449.

[Fest03] Proportional-Druckregelventile MPPE/MPPES, Festo AG & Co. KG, 73734 Esslingen Deutschland, Produktkatalog 2004/ 2005, Oktober 2003

[Fest06] Magnetventile MH2/MH3/MH4, Festo AG & Co. KG, 73734 Esslingen Deutschland, März 2006

[Gems04] “PS98 – Solid State Pressure Switch”, Gems Sensors Inc., Plainville, CT 06062-1198, USA, 2004

[Groo01] de Groot Thomas J.: Pressure Sensitive Switch, its Method of Calibration and Use in a Hydrophone Array, International Patent Number: WO 01/65278 A1, Applicant: Benthos Inc. (US), Publication Date: 7.09.2001.

[Gu02] X. Gu, L. Sung, D.L. Ho, C.A. Michaels, D. Nguyen, Y.C. Jean and T. Nguyen: Surface and Interface Properties of PVDF/Acrylic Copolymer Blends Before and After UV Exposure, Proceedings of the 80th Annual Meeting Technical Program of the FSCT (Federation of Societies for Coatings Technology), Ernest N. Morial Convention Center, New Orleans, LA, USA, Oct. 30 - Nov. 1, 2002

[Hahn05] Royth Philipp von Hahn: Zur Kalibrierung eines piezooptischen Faserhydrophons für diagnostische Ultraschallfelder, Vom Fachbereich Ingenieurwissenschaften der Universität Duisburg-Essen, zur Erlangung des akademischen Grades eines Doktor-Ingenieurs genehmigte Dissertation, 2005

[Harr01] J.S. Harrison, Z. Ounaies: Piezoelectric Polymers, NASA/CR-2001-211422, ICASE Report No. 2001-43, ICASE NASA Langley Research Center, Hampton, Virginia, Dezember 2001.

[Hera06] Heraeus Bonding Wires for Semiconductor Technology Brochure, W.C. Heraeus GmbH, 63450 Hanau, Germany, March 2006

[Hoda90] Hodate Masahito: Pressure Switch, Japan Patent Number: JP2165529, Applicant: Bridgestone Corp., Publication Date: 26.06.1990.

[Howe05] Torben Howe, Querempfindlichkeiten eines PVDF- Drucksensors gegenüber Temperatur und Feuchtigkeit, Studienarbeit an der RWTH Aachen, LuF Konstruktion und Entwicklung von Mikrosystemen

(KEmikro), 2005

[Huff92] Huff Michael A., Schmidt Martin A.: Micromachined threshold pressure switch and method of manufacture, US Patent Number: US5164558, Applicant: Massachusetts Inst. Technology (US), Publication Date: 17.11.1992

[Iezz97] Iezzi R.A.: "Fluropolymer Coatings For Architectural Application," Modern Fluoropolymers, John Wiley & Sons, 14, 271, (1997)

[Knee04] R. Kneer, Wärme- und Stoffübertragung, Vorlesungsskript RWTH-Aachen, WS 2004/ 2005

[Koal85] Koal Jan G.: Polymer piezoelectric sensor of animal foot pressure, US Patent Number: US4499394, Applicant: Koal Jan G., Publication Date: 12 February 1985

[Kole98] Kolesar Edward: Piezoelectric tactile sensor, US Patent Number: US5760530, Applicant: US Army, Publication Date: 2 June 1998.

[Kreu89] Kreuter Paul E.: Pneumatic to Electrical Switch Assembly, US Patent Number: US4855545, Applicant: Kreuter MFG Co. Inc. (US), Publication Date: 08.08.1989.

[Kuni05] Kunioka Kenji, Kurokawa Takahiro: Pressure Switch/Sensor Device, Japan Patent Number: JP2005127950, Publication Date: 19.05.2005.

[Kurt03] Kurtz A. D. et al.: Pressure Transducer and Switch Combination, US Patent Number: US6545610, Assignee: Kulite Semiconductor Products, Publication Date: 8.04.2003.

[Kurt05] Kurt A. D. et. al.: Solid state electronic pressure switch, US Patent Number: US 2005/0174247 A1, Publication Date: 11.08.2005

[Labv06] LabVIEW Help, Programmhilfe LabVIEW V8.0, 2006

[Lanc01] S. Lanceros-Méndez, J. F. Mano, A. M. Costa, V. H. Schmidt: FTIR and DSC Studies of Mechanically Deformed β-VDF Films, Journal of Macromolecular Science : Physics, 40:3-4 , pp. 517-527, 2001

[Lanc02] S. Lanceros-Méndez, M. V. Moreira, J. F. Mano, V. H. Schmidt, G. Bohannan: Dielectric behavior in an oriented β-PVDF film and chain reorientation upon transverse mechanical deformation, Ferroelectrics, 273, pp. 15-20, 2002

[Lina96] A. Linares, J.L. Acosta, Polym. Boll. 36 (1996) 241.

[Lina97] A. Linares, J.L. Acosta, Eur. Polym. J. 4 (1997) 467.

[Liu97] Z. Liu, P. Maréchal, R. Jérôme, Polymer 38 (1997) 4925.

[Lum95] Lum P., Greenstein M., Grossman C., Szabo T.L.: High Frequency Membrane Hydrophone, HPL-95-78 Report, 1995

[Lum98] Lum P., Greenstein M., Verdonk E.D., Grossman C. Jr., Szabo T.L.: A 150-MHz-Bandwidth Membrane Hydrophone for Acoustic Field Characterization, HP Journal Online, Volume 49, Issue 3, August 1998

[Maki90] Makita Takeo, Hirata Kazuo, Takashi Koichi, Hashimoto Mikio: Micro-Pressure Switch, Japan Patent Number: JP2087433, Applicant:

Saginomiya Seisakusho Inc., Publication Date: 28.03.1990

[Mano03] Mano J.F.; Lopes J.L.; Silva R.A.; Brostow W., Creep of PVDF monofilament sutures: service performance prediction from short-term tests, Polymer, July 2003, vol. 44, iss. 15, pp. 4293-4300(8), Elsevier Science.

[Mano04] J.F. Mano, V. Sencadas, A. Mello Costa, S. Lanceros-Méndez: Dynamic mechanical analysis and creep behaviour of β-PVDF films, Materials Science and Engineering A 370 (2004) 336–340

[Mart95] Schlünder Martin: Einführung in die Wärmeübertragung, 8. Auflage, Vieweg, 1995

[Mate06] Mateiu, R., Lillemose, M., Hansen, T. S., Boisen, A., Geschke, O., Poly 3,4-ethylenedioxythiophene (PEDT) strain gauge, Poster M2B-P7, v.1, pp. 64-65, 20th Eurosensors Conference, Göteborg, Sweden, 17 – 20 September 2006.

[Merk99] G.P. Merker, C. Eiglmeier: Fluid- und Wärmetransport Wärmeübertragung, B.G. Tuebner Stuttgart, Leipzig 1999

[Mijo97] J. Mijovic, J.W. Sy, T.K. Kwei, Macromolecules 30 (1997) 3042.

[Mill03] Miller Brian L., Miller Dorothy H. J.: Resonant Pressure Switch, US Patent Number: US 2003/0205448 A1, Assignee: Xilor Inc. Knoxville TN (US), Publication Date: 6.11.2003.

[Miya04] Yoshio Miyamoto, Tsutomu Yamaguchi: Electronic Digital Pressure Switch, US Patent Number: US 2004/0187585 A1, Publication Date: 30.09.2004.

[Mlyn80] Mlyniec Kenneth P.: Pressure responsive electrical switch and means of contact gap setting therefor, US Patent Number US4195209, Applicant: Emerson Electric Co., Publication Date: 25.03.1980.

[MSI99] Measurement Specialities, Inc.: Piezo Film Sensors Technical Manual, Measurement Specialties, Inc., Sensor Products Division, 950 Forge Avenue Norristown, PA 19403, April 1999

[Murr99] H. Murrenhoff, Grundlagen der Fluidtechnik, Teil 2: Pneumatik, Umdruck zur Vorlesung, Institut für fluidtechnische Antriebe und Steuerungen, RWTH Aachen, Aachen, Germany, 1999

[Nalw91] Nalwa, H.S. Recent Developments in Ferroelectric Polymers. J. Macromol. Sci. 1991, C31 (4), 341–432.

[NI06] Full-Featured E Series Multifunction DAQ, National Instruments (NI) Corporation, Austin, TX 78759-3504, USA, 2006

[Oliv62] Oliveau John V.: Pressure switch, US Patent Number: US3042771, Applicant: Aerotec Ind Inc., Publication Date: 03.07.1962.

[Peac74] Peachey C.J., Peachey G.N. PP: Pressure Responsive Switch, Patent Number: GB1351941, Applicant: Peachey C.J., Peachey G.N. PP, Publication Date: 1.05.1974.

[Roch88] Rochling H., Schlee K.H.: Sensor für Akustische Stosswellenimpulse, Patent EP0255636, Anmelder: Siemens Aktiengesellschaft Berlin und

München, Veröffentlichungstag der Anmeldung: 10.02.88, Patentblatt 88/06

[Rumm99] Z. Rummler, W. Bacher, V. Saile, W.K. Schomburg: "Mass Separation using thin PTFE Membranes", Proceedings of Symposium on Design, Test, and Microfabrication of MEMs/MOEMs, DTM'99, 30 Mar – 1 Apr 1999 in Paris, France

[Scha91] Schäfer Dagobert, Zanger Ulf: Piezoelectric membrane hydrophone, Applicant: Richard Wolf GMBH, Patent Number DE3931578, Document: EP0418663, Publication Date: 04.04.1991

[Scho98] W.K. Schomburg, C. Goll, Design optimization of bistable microdiaphragm valves, Sensors and Actuators, A 64 (1998), pp.259-264.

[Schu04] U. Schuster: Untersuchung des Alterungsprozesses von hydraulischen Ventilen, Herausgeber: Hauptverband der gewerblichen Berufsgenossenschaften (HVBG), Berufsgenossenschaftliches Institut für Arbeitsschutz - BIA, BIA-Report 6/2004, August 2004

[Schu06] U. Schuster: Reliability of hydraulic valves - determining of the MTTFd-value of hydraulic directional control valves, 5. IFK Conference, Aachen, Germany, pp. 71-81, 20-22 March 2006

[Schu91] Bernhard Hermann Schumacher, Nichtlineare und relaxierende Phänomene in einachsig gerecktem PVDF, zur Erlangung des akademischen Grades eines Doktor-Ingenieurs, genehmigte Dissertation, RWTH-Aachen, 1991

[Senc03] V. Sencadas, R. Barbosa, J.F. Mano, S. Lanceros-Méndez: Mechanical characterization and influence of the high temperature shrinkage of ß-PVDF films on its electromechanical properties, Ferroelectrics, 294: 61-71, 2003.

[Senc04a] V. Sencadas, S. Lanceros-Méndez, J.F. Mano: Characterization of poled and non-poled β-PVDF films using thermal analysis techniques, Thermochimica Acta 424: 201–207, 2004.

[Senc04b] V. Sencadas, S. Lanceros-Mendez, J.F. Mano: Effect of the mechanical stretching on the ferroelectric properties of a (VDF/TrFE) (75/25) copolymer film, Solid State Communications 129, pp. 5-8, 2004

[Senc04c] V. Sencadas, S. Lanceros-Mendez, J.F. Mano: Behaviour of the Ferroelectric Phase Transition of P(VDF/TrFE) (75/25) with Increasing Deformation, Ferroelectrics, 304, pp. 23–26, 2004

[Senc05] V. Sencadas, Carlos M. Costa, V. Moreira, Jorge Monteiro, Sushil K. Mendiratta, J. F. Mano, S. Lanceros-Méndez: Poling of ß-poly(vinylidene fluoride): dielectric and IR spectroscopy studies, E-Polymers, No. 002, pp. 1-12, January 2005

[Sens04a] Sensortechnics GmbH: 19C...K/L Series Temperature compensated and calibrated stainless steel pressure sensor, Technical Manual, Sensortechnics GmbH, 82178, Puchheim, Germany, September 2004

[Sens04b] Sensortechnics GmbH: PXMD- Series, High precision digital output pressure sensors, Technical Manual, Sensortechnics GmbH, 82178,

Puchheim, Germany, May 2004

[Sram04] Srama, R., T. J. Ahrens, N. Altobelli, S. Auer, J. G. Bradley, M. Burton, V. V. Dikarev, T. Economou, H. Fechtig, M. Görlich, M. Grande, A. Graps, E. Grün, O. Havnes, S. Helfert, M. Horanyi, E. Igenbergs, E. K. Jessberger, T. V. Johnson, S. Kempf, A. V. Krivov, H. Krüger, A. Mocker-Ahlreep, G. Moragas-Klostermeyer, P. Lamy, M. Landgraf, D. Linkert, G. Linkert, F. Lura, J. A. M. McDonnell, D. Möhlmann, G. E. Morfill, M. Müller, M. Roy, G. Schäfer, G. Schlotzhauer, G. H. Schwehm, F. Spahn, M. Stübig, J. Svestka, V. Tschernjawski, A. J. Tuzzolino, R. Wäsch, H. A. Zook, The Cassini Cosmic Dust Analyzer, Space Sci. Rev. 114, 465-518, 2004

[Stan78] Stannett, V. The transport of gases in synthetic polymeric membranes - An historic perspective. J. Membr. Sci. 1978, 3, 97-115.

[Sulo02] Eric C. Suloff: Sorption Behavior of an Aliphatic Series of Aldehydes in the Presence of Poly(Ethylene Terephthalate) Blends Containing Aldehyde Scavenging Agents, PhD Dissertation, Virginia Polytechnic Institute and State University, Blacksburg, Virginia, 21 November 2002

[Swan01] Swanson Cal T., Lewandowski Simon J., Chassaing Charles E., Sleva Michael Z.: Thin film piezoelectric polymer sensor, Applicant: Medacoustics Inc., US Patent No. US 6261237 B1, Publication Date: 17 July 2001.

[Sy00] J.W. Sy, J. Mijovic, Macromolecules 33 (2000) 933.

[Tasa81] Tasaka S. and Miyata S., Ferroelectrics 32(1): 17-23 (1981)

[Tash81] K. Tashiro, H. Tadokoro and M. Kobayashi, “Structure and piezoelectricity of poly(vinylidene fluoride)”, Ferroelectrics 32, 167-175 (1981).

[Trän92] H.R. Tränkler, Taschenbuch der Messtechnik, Oldenbourg, 1992

[VDC01] The U.S. Market for Pressure Switches, Venture Development Corporation Technology Market Researchers and Strategists Since 1971, One Apple Hill Drive, Suite 206, Box 8190, Natick, MA 01760, December 2001

[Vino01] A. M. Vinogradov, S. Schumacher: Cyclic Creep of Polymers and Polymer-Matrix Composites, Mechanics of Composite Materials, 37 (1): 29-34, January - February, 2001

[Vino02a] Vinogradov, A., Schwartz, M. (Ed.), (2002). “Piezoelectricity in Polymers”, Encyclopedia of Smart Materials, Volumes 1-2, John Wiley & Sons, 780-792.

[Vino02b] Vinogradov A.M., Schumacher S.C.: Time-Dependent Response of Thin-Film Piezoelectric Polymer Polyvinylidene Fluoride, Journal of Spacecraft and Rockets, Vol. 39, No.6, November-December 2002

[Vino03] A. Vinogradov, Creep-Fatigue Interaction in Polymers, 16th Engineering Mechanics Conference, American Society of Civil Engineering, University of Washington, Seattle, July 16-18 2003.

[Voet05] Installations- und Betriebsanleitung Temperatur- und Klimaprüfschränke VTL 4003, VTL 6003, VTL 4010, VTL 6010, VCL 4003, VCL 6003, VCL

4010, VCL 6010, VCL 0003, VCL 0010 mit Mincon/32-Steuerung, Vötsch Industrietechnik GmbH, Frommern, Beethovenstraße 34, D-72336, Germany, 2005

[Voge97] Gerthsen Physik, H. Vogel, 19. Auflage, 1997, ISBN 3-540-62988-2, pp.232-237.

[Voss05] Vossenberg Heinz-Georg: Pressure Sensor for Contactless Pressure Measurement, Micromechanical Pressure Switch, and Micromechanical Pressure Change Sensor, US Patent Number: US 2005/0028598 A1, Publication Day: 10.02.2005.

[Wagn00] Wagner Dietmar: Druckschalter, Europäische Patent Nummer: EP1030064A1, Anmelder: Festo KG & Co. 73734 Esslingen (DE), Veröffentlichungstag: 23.08.2000, Patentblatt 2000/34.

[Wall61] Wall. L.A. and Strauss, S., *J.* Research (National Bureau of Standards) 65, p. 227 (1961).

[Weis94] Betriebsanleitung Kälte-Wärme-Klimaprüfschrank Typ SB11/160/40, Weiss Umwelttechnik GmbH, D-35447, Reiskirchen-Lindenstruth, Germany, 1994

[West01] PVDF Film, Westlake Product Bulletin, Westlake Plastics Company, World Headquarters P.O. Box 127, Lenni, PA 19052, 2001

[Yang05] Nan Yang, Aufbau einer Testeinrichtung für pneumatische Mikrodrucksensoren, Studienarbeit an der RWTH Aachen, LuF Konstruktion und Entwicklung von Mikrosystemen (KEmikro), 2005

[Yant04] Yantao Shen, Ning Xi, King W.C. Lai, Wen J. Li: A novel PVDF microforce/force rate sensor for practical applications in Micromanipulation, Emerald Group Publishing Limited, Sensor Review, Volume 24 · Number 3 · 2004 · pp. 274–283

[Zahn05] Zahng A.L., Seligman P.M., Klein A., Cowan R.: Implantable Acoustic Sensor, US Patent 2005177204, Publication date 11 August 2005.

[Zoep06] Zöppig V., Feindt K., Ströhla T., Kallenbach E.: Mechatronic drive concepts for pneumatic mini valves, 5th International Fluid Power Conference, Aachen, Germany, 20 - 22 März 2006.

11 Anhang

Technische Eigenschaften von PVDF-Folien

Der Prozess der Umwandlung eines inerten PVDF-Polymers in eine gerichtete piezoelektrische Folie ist kompliziert und läuft in mehreren Stadien ab. Zum Teil aus diesem Grund und zum Teil wegen der Zufälligkeit der halb-amorphen Struktur von PVDF können die technischen Eigenschaften von PVDF unterschiedlich sein. Die technischen Eigenschaften von PVDF- und Copolymer-Folien sind in Tabelle 11.1 zusammengefasst [@acou, @good, @ensi, MSI99, Schu91]. Die meisten technischen Eigenschaften sind für PVDF- und Copolymer- Folien der Firma Measurement Specialties Inc. (USA) angegeben.

Tabelle 11.1: Technische Eigenschaften der PVDF- und Copolymer-Folien

Eigenschaft	Symbol	PVDF	Copolymer	Mess-Einheit	Bedingung
Betriebstemperatur	T_r	Von -40 bis +80..100	Von -40 bis +115..145	°C	
Schmelztemperatur	T_s	175 - 180	160 - 180	°C	PVDF und Copolymer Folien allgemein
Kältesprödigkeits-temperatur	T_k	-62		°C	PVDF Folien allgemein
Glasübergangs-temperatur	T_g	-42		°C	PVDF Folien allgemein
Curie-Temperatur	T_c	205		°C	Nicht gemessen sondern extrapoliert
Dicke	t	6, 9, 25, 28, 40, 52, 110, 515	<1 bis 1200	µm	
Dichte	ρ_{PVDF}	1780	1820	kg/m^3	
Piezoelektrischer Modul	d_{31}	23	11	10^{-12} C/N	
Piezoelektrischer Modul	d_{32}	2 - 7 (Einach-sige PVDF Folien allgemein)	11	10^{-12} C/N	

Piezoelektrischer Modul	d_{33}	-33	-38	10^{-12} C/N	
Piezospannungs-konstante	g_{31}	216	162	10^{-3} Vm/N	
Piezospannungs-konstante	g_{32}	15 (Einach-sige PVDF Folien allgemein)	162	10^{-3} Vm/N	
Piezospannungs-konstante	g_{33}	-330	-542	10^{-3} Vm/N	
Elektromechanischer Kopplungsfaktor	k_{31}	12%	20%		
Pyroelektrischer Koeffizient	p_3	$30 \cdot 10^{-6}$	$40 \cdot 10^{-6}$	$C/(m^2K)$	
Maximale Betriebsspannung		750 (30)	750 (30)	V/mil (V/µm)	Gleichstrom bei 25°C 1mil=25,4µm
Überschlags-spannung	E_B	80	80	V/µm	Gleichstrom bei 25°C
Koerzitivfeldstärke	E_C	50 - 80		MV/m	PVDF Folien allgemein
Dielektrizitäts-konstante	ε_r	12 -13	7 - 8		$\varepsilon_0 = 8{,}85 \cdot 10^{-12}$ $C^2/(J\ m)$
Dielektrische Verlustfaktor	$\tan \delta_e$	0,02	0,015		bei 1 KHz
Kapazität	C_{PVDF}	380 für 28µm	68 für 100µm	pF/cm^2 bei 1KHz	
Volumetrischer spezifischer Widerstand	ρ_{es}	$>10^{13}$	$>10^{14}$	Ω m	
Flächenwiderstand für PVDF	R_P	10^{13}		Ω, oder Ω/square	PVDF Folien allgemein
Flächenwiderstand für NiAl Metallisierung	R_{NiAl}	<3,0	<3,0	Ω, oder Ω/square	

Flächenwiderstand für Ag Metallisierung	R_{Ag}	0,1	0,1	Ω, oder Ω/square	
Elastizitätsmodul	E	2 - 4	3 - 5	GPa	
Kompressionsmodul	K_k	4,3		GPa	PVDF-Folien allgemein
Querdehnungszahl	ν	0,18-0,348			[@acou, @good, Vino02b]
Querdehnungszahl (einachsig gereckte PVDF-Folie)	ν_{21}	0,1			[Tasa81]
Querdehnungszahl (einachsig gereckte PVDF-Folie)	ν_{31}	0,8			[Tasa81]
Streckfestigkeit	σ_Y	45 - 55	20 - 30	MPa	Spannachse
Abschürfungswiderst and – ASTM D1044	R_A	24		mg/1000 Zyklen	PVDF Folien allgemein
Reibungskoeffizient	R_R	0,2 - 0,4			PVDF Folien allgemein
Längsbruchdehnung	ε_L	14 - 20		%	Einachsige PVDF Folien allgemein
Scherebruch-dehnung	ε_S	300 - 450		%	Einachsige PVDF Folien allgemein
Bruchdehnung	ε_B	50		%	Zweiachsige PVDF Folien allgemein
Rockwell-Härte		R77-83			PVDF Folien allgemein
Izod Schlagfestigkeit		120 - 320		J/m	PVDF Folien allgemein
Längsschall-geschwindigkeit	$c_{PVDF\,L}$	2200	2400	m/s	
Schereschall-geschwindigkeit	$c_{PVDF\,S}$	1500	2300	m/s	

Wasserabsorption - Gleichgewichts-verhältnis	α_{wa}	0.02	0.02	%	H_2O, 24 Std.
Wärmeleitzahl (Wärmeleitfähigkeit)	λ	0,1 - 0,25		W $m^{-1}K^{-1}$	bei 23°C, PVDF Folien allgem.
Wärmekapazität	C_W	1200		J/(kg K)	PVDF Folien allgemein
Wärmeausdehnungs -Koeffizient	α	80 - 140		10^{-6} K^{-1}	PVDF Folien allgemein
Arbeitsdruckbereich		10^{-4} - 10^{9}		Pa	
Bandbreite		10^{-3} - 10^{9}		Hz	
Spezifische Schallimpedanz	Z_F	$3{,}9 \cdot 10^6$	$4{,}4 \cdot 10^6$	Ns/m^3	
Brennbarkeit		V0 (nicht brennbar, selbstaus-löschend)			[@plas]

Piezofolien aus PVDF und Copolymeren, die als Sensorelemente verwendet werden können, haben weitere wichtige Eigenschaften. Sie haben eine exzellente Beständigkeit gegen Kriechen und Ermüdung [Mano03, Vino03, Vino01]. Sie sind beständig gegen die meisten Chemikalien, gegen Oxidationsmittel und ultraviolette Strahlung.

Chemisches Verhalten von PVDF

Tabelle 11.2: Chemisches Verhalten von PVDF [@acou, @atla, @buer, @zeus]: + = Resistent, ° = bedingt Resistent, - = nicht Resistent.

Medium	Konzentration (%)	Temperatur (°C)	Dauer	Resistenz
Acetaldehyde	Technically pure	23	7 days	-
Acetic acid	50	<=125	7 days	+
Acetic acid	50	<=150	7 days	°
Acetic acid	100	23	7 days	+
Acetic anhydride		20		-
Acetone	Technically pure	23	7 days	-
Acetonitrile		20		+
Acetyl salicylic acid		100		+
Acetylene		20		+
Acid fumes		100		+
Alcohols		100		+
Aliphatic esters		100		+
Allyl chloride		<=100	7 days	+
Alum		100		+
Aluminium chloride		100		+
Aluminium fluoride		50		+
Aluminium sulphate		100		+
Ammonia, anhydrous		20		-
Ammonium acetate		50		+
Ammonium carbonate		50		+
Ammonium chloride		100		+
Ammonium fluoride		50		+
Ammonium hydroxide	30	<=150	7 days	+
Ammonium sulphate	50	<=150	7 days	+
Amyl Acetate	Technically pure	<=50	7 days	+
Amyl Acetate		100		-
Amyl Alcohol	Technically pure	<=150	7 days	+
Aniline	Technically pure	<=40	7 days	+
Aniline		100		-
Anilline hydrochloride		50		+
Antimony trichloride		60		+
Antimony trichloride		100		-

Aqua regia		60		+
Aqua regia		100		-
Aromatic solvents		100		+
Ascorbic acid		100		+
Beer		100		+
Benzaldehyde		23	7 days	-
Benzene	Technically pure	23	7 days	+
Benzene	Technically pure	50	7 days	°
Benzine regular		<=135	7 days	+
Benzine/benzene mixture		<=135	7 days	+
Benzoic Acid	saturated	<=125	7 days	+
Borax	50	<=150	7 days	+
Boric acid		100		+
Brake Fluid		<=60	7 days	+
Brines, saturated		100		+
Bromide (K) solution		100		+
Bromine		<=100	7 days	+
Bromine liquid, tech.		100		+
Butane		23	7 days	+
Butanol		<=75	7 days	+
Butanol		<=125	7 days	+
Butyl acetate		20		+
Butyl acetate		60		-
Calcium chloride		100		+
Calcium hydroxide		<= 35		+
Calcium hypochlorite		<=95		+
Calcium sulfide		50		+
Carbon dioxide	100	<=135	7 days	+
Carbon disulphide	100	23	7 days	+
Carbon tetrachloride	Technically pure	<=150	7 days	+
Carbonic acid		100		+
Caustic soda & potash		60		+
Caustic soda & potash		100		-
Chlorides of Na, K, Ba		100		+
Chlorinated water		50		+
Chlorine, gas		<=100	7 days	+
Chlorine, gas		<=125	7 days	°

Chlorine, liquid		<=95	7 days	+
Chloroacetic acid		60		+
Chloroacetic acid		100		-
Chlorobenzene		<=50	7 days	+
Chlorobenzene		<=75	7 days	°
Chloroform	Technically pure	<=50	7 days	+
Chloroform		100		-
Chlorosulphonic acid		20		-
Chromic acid	<=40	<=80		+
Chromic acid	50	<=50		+
Chromic acid	80	100		-
Citric acid	50	<=150	7 days	+
Copper salts (most)		100		+
Copper sulphate	50	<=150	7 days	+
Cresol		50		+
Cresylic acids	50	100		+
Cyclohexane		<=150	7 days	+
Cyclohexanol		<=65		+
Cyclohexanone		23		-
Decahydronaphthalene	Technically pure	<=100	7 days	+
Detergents	Ready-to-use	100	7 days	+
Dibutyl phthalate		20		+
Dibutyl phthalate		50		°
Dichlorobenzene		50		+
Diethylether		23	7 days	+
Dimethylformamide	Technically pure	23		-
Dioxane		23		-
Emulsifiers	Concentrated	100		+
Esters		60		-
Esters		100		+
Ethanol	96 (Vol.)	<=100	7 days	+
Ether		100		+
Ethyl acetate	Technically pure	23	7 days	+
Ethyl acetate	Technically pure	50		-
Ethyl benzene		50		+
Ethyl chloride		50		+
Ethylene glycol		<=150	7 days	+

Ethylene oxide		50		+
Fatty acids (>C6)		100		+
Ferric chloride		100		+
Ferrous sulphate		100		+
Flourine, wet		20		-
Fluorinated refrigerants		100		+
Fluorine, dry		20		-
Fluorosilic acid		100		+
Formaldehyde	37	<=50	7 days	+
Formic acid	98	<=75	7 days	+
Freon® F 12	100	<=100	7 days	+
Fruit juices	Technically pure	<=100	7 days	+
Gelatine		<=100		-
Glycerin		<=125	7 days	+
Glycerin		<=150		°
Glycol, ethylene		100		+
Glycolic acid		100		+
Glycols		100		+
Heptane		<=150	7 days	+
Hexamine		20		+
Hexamine		60		-
Hexane		50		+
Hydrazine		20		+
Hydrazine		60		-
Hydrobromic acid	50	100		+
Hydrochloric acid	37	<=150	7 days	+
Hydrochloric acid	concentrated	100		+
Hydrocyanic acid		100		+
Hydrofluoric acid	40	<=100	7 days	+
Hydrofluoric acid	70	<=75	7 days	+
Hydrofluoric acid	100	<=50	7 days	+
Hydrogen peroxide	50	<=100	7 days	+
Hydrogen peroxide	30 - 90	<=100		+
Hydrogen sulphide		<=100	7 days	+
Hypochlorites		100		+
Hypochlorites	Na 12-14%	100		+
Iodine tincture		50		+

Iron-III chloride	50	<=150	7 days	+
Iso-butyl-acetate		20		+
Iso-butyl-acetate		60		-
Isopropanol (isopropyl alcohol)		50		+
Ketones (different)		20		-
Lactic acid	50	23	7 days	+
Lactic acid	50	<=50	7 days	°
Lanolin		50		+
Lead acetate		100		+
Lime (CaO)		100		+
Magnesium chloride	50	<=150	7 days	+
Maleic acid		100		+
Manganate, potassium (K)		100		+
Meat juices		100		+
Mercuric chloride		100		+
Mercury		100		+
Methanol	Technically pute	<=75	7 days	+
Methanol	Technically pure	<=100		°
Methyl ethyl ketone	Technically pure	23		-
Methyl isobutyl ketone		23		-
Methylene chloride		60		+
Methylene chloride		100		-
Milk		<=75	7 days	+
Milk products		100		+
Mineral oil		50		+
Moist air		100		+
Molasses		100		+
Monoethanolamine		20		+
Monoethanolamine		60		-
Motor oil		<=135	7 days	+
Naptha		100		+
Napthalene		100		+
Nickel salts		100		+
Nitrates of Na, K and NH3		100		+
Nitric acid	30	<=125	7 days	+
Nitric acid	30	<=150	7 days	°
Nitric acid	65	<=60	7 days	+

Nitric acid	65	<=100		°
Nitric acid	98	23		-
Nitrite (Na)		100		+
Nitrobenzene		23	7 days	+
Nitrobenzene		100		-
Nutrient fat		100	7 days	+
Oils, diesel		100		+
Oils, essential		100		+
Oils, lubricating + aromatic additives		100		+
Oils, mineral		100		+
Oils, vegetable and animal		100		+
Oxalic acid		100		+
Ozone		20		-
Paraffin oil		<=120	7 days	+
Pectin		50		+
Perchloric acid		100		+
Perchloroethylene		<=50	7 days	+
Perchloroethylene		<=75	7 days	°
Petroleum		<=135		+
Petroleum spirits		100		+
Phenol	100	<=50	7 days	+
Phenol	10	<=75	7 days	+
Phenol	10	<=100		°
Phosphine		50		+
Phosphoric acid	90	100		+
Phosphorous chlorides		20		+
Phosphorous chlorides		100		-
Phosphorous pentoxide		100		+
Phthalic acid		100		+
Picric acid		100		+
Potassium dichromate	50	<=150	7 days	+
Potassium hydroxide	50	<=100	7 days	+
Potassium hydroxide	50	<=125		°
Potassium nitrate	50	<=150	7 days	+
Potassium perchlorate	Saturated	50		+
Potassium permanganate	50	<=150	7 days	+
Propane		<=150	7 days	+

Propanol		<=50	7 days	+
Pyridine		20		+
Pyridine		100		-
Sea water		100		+
Silicic acid		100		+
Silicone oil		<=125	7 days	+
Silver nitrate		100		+
Sodium acetate	every	50		+
Sodium carbonate		100		+
Sodium chlorite	50	<=150	7 days	+
Sodium hydrogen carbonate	50	<=150	7 days	+
Sodium hydroxide	45	<=100	7 days	+
Sodium hydroxide	45	<=125		°
Sodium hydroxide	60	<=50	7 days	+
Sodium hydroxide	60	<=75	7 days	+
Sodium hydroxide	60	100		-
Sodium peroxide		100		+
Sodium silicate		100		+
Sodium sulphide		100		+
Sodium thiosulfate	50	<=150	7 days	+
Stannic chloride		100		+
Starch		100		+
Sugar, syrups & jams		100		+
Sulphamic acid		100		+
Sulphates (Na, K, Mg, Ca)		100		+
Sulphites		100		+
Sulphonic acids		100		+
Sulphur		100		+
Sulphur chlorides		20		-
Sulphur dioxide		<=80	7 days	+
Sulphur dioxide, dry		20		-
Sulphur dioxide, wet		20		-
Sulphur trioxide		20		-
Sulphuric acid	50	<=150	7 days	+
Sulphuric acid	80	<=125	7 days	+
Sulphuric acid	93	<=75	7 days	+
Sulphuric acid	93	<=100		°

Sulphuric acid	98	<=50	7 days	+
Tallow		100		+
Tannic acid	10	100		+
Tartaric acid		100		+
Tetrahydrofuran		60		°
Thionyl chloride		50		+
Toluene	Technically pure	<=75	7 days	+
Toluene	Technically pure	<=100	7 days	°
Trichloroethylene	Technically pure	<=50	7 days	+
Trichloroethylene	Technically pure	<=75	7 days	°
Urea	30	100		+
Vinegar		100		+
Vinyl chloride		50		+
Water		<=150	7 days	+
Wetting agents	<5%	100		+
Xylene	100	<=100	7 days	+
Yeast		100		+
Zinc carbonate		50		+
Zinc chloride	50	<=150	7 days	+
Zinc phosphate		50		+

Lebenslauf

Persönliche Daten:

Name, Vorname:	Shirinov, Aleksandr
Geboren am:	03.05.1976 in Gagra, Georgien

Ausbildung:

09/1983 - 06/1991	Weiterführende Schule N47 in Baku
06/1991	Schulabschlusszeugnis (mit Auszeichnung)
09/1991 - 06/1993	Fakultät für Naturwissenschaft, Schule N178 in Baku
06/1993	Schulabschlusszeugnis
12/1993 - 06/1997	Azerbaycan Dövlet Neft Akademiyasi (Technische Hochschule), Studium Gerätebau (Spezialisierung in Biomedizinische Apparate und Systeme)
06/1997	Bakkalaureus-Diplom in Gerätebau (mit Auszeichnung)
09/1997 - 06/1999	Azerbaycan Dövlet Neft Akademiyasi (Technische Hochschule), Studium Gerätebau (Spezialisierung in Biomedizinische Apparate und Systeme)
06/1999	Magister-Diplom in Biomedizinische Apparate und Systeme, Gerätebau (mit Auszeichnung)
01/2000 - 10/2001	Azerbaycan Dövlet Neft Akademiyasi (Technische Hochschule), Studium Informations-, Mess- und Computertechnik
05/2004-02/2007	Promotion im Fachbereich Maschinenwesen an der RWTH Aachen am LuF Konstruktion und Entwicklung von Mikrosystemen (KEmikro)

Berufstätigkeit:

1997 – 2000	Test und Reparatur von medizinischen Geräten bei BIOMED, Biomedizinische Technische Systeme
06/1998 – 12/1999	Berater - Biomedizinischer Ingenieur beim Offene-Gesellschaft- Institut Aserbaidschan
11/2001-04/2004	Wissenschaftlicher Angestellter, AMiR, Universität Oldenburg
05/2004-02/2007	Wissenschaftlicher Angestellter, KEmikro, RWTH Aachen